MANUAL DE BANCADA PARA LABORATÓRIO (BPL)
FÁBRICA DE QUEIJOS

Fernando Rodrigues

Parte II

Análises de rotina para fábrica de queijos

O objetivo deste manual é apresentar de forma didática e comentada as principais técnicas de controle laboratorial de rotina a serem empregadas em indústria de laticínios (Ministério da Agricultura segundo a Instrução Normativa nº 51 de 18/09/2002), assegurando desta forma a integridade e qualidade do leite como matéria prima principal.
A fábrica de laticínios deve conter em sua planta um laboratório devidamente localizado e equipado, que permita o controle rotineiro para seleção e classificação do leite destinado à fabricação, assim como o monitoramento de algumas etapas importantes no processamento de queijos como: análises de fosfatase alcalina e peroxidase para leite pasteurizado; controle da água de abastecimento; controle da salmoura; análises de soro (soro no corte, soro no ponto, soro na prensagem, soro da massa) e análises de acidez/ gordura (leite e creme de leite) para padronização.

O leite recebido pela fábrica de laticínios deverá ser submetido aos procedimentos relacionados:

a. Medição da temperatura;
b. Teste do álcool /alizarol na concentração mínima de 72% v/v (setenta e dois por cento, volume/volume);
c. Acidez titulável;
d. Índice crioscópico;
e. Densidade relativa, a 15ºC;
f. Teor de gordura;
g. Pesquisa de fosfatase alcalina (quando a matéria-prima for proveniente de usina e ou fábrica);
h. Pesquisa de peroxidase (quando a matéria-prima for proveniente de usina e ou fábrica);
i. % de ST e de SNG (sólidos totais e sólidos desengordurados);
j. Pesquisa de neutralizantes da acidez e de reconstituintes da densidade;
l. Outras pesquisas que se façam necessárias.

ANÁLISES DE LEITE

1 - Coleta para análise

Para coleta de amostra são recomendados agitadores com área suficiente para produzir turbulência adequada, sem promover alteração do produto, como por exemplo; incorporação de ar.
Após uma correta mistura do leite, pode-se empregar um recipiente coletor com alça.
Os frascos para acondicionamento devem ser preenchidos com volume adequado de amostra, permitindo a homogeneização antes da análise, evitando a separação de gordura durante o transporte.
Se houver dificuldade para obtenção de uma amostra homogênea, coletar sub amostras em diferentes pontos do conteúdo total a amostrar, e em seguida considerar uma amostra final (normalmente 500 a 1000 mL é suficiente), devendo-se sempre levar em consideração que a quantidade poderá variar em função das determinações a serem efetuadas.
As amostras deverão ser acompanhadas por uma ficha assinada pelo responsável, contendo as seguintes informações:
a. Local, data e hora da coleta;
b. Código de identificação;
c. Indicação de que a amostra é proveniente de sub amostras, quando aplicável;
d. Local de destino da amostra.

Coleta de amostras para envio a laboratório terceirizado

A coleta da amostra constitui a primeira fase para análise do produto.
Dentro do conceito de que a análise começa com a coleta da amostra, este procedimento deve estar integrado com o laboratório, devendo haver sincronismo entre a remessa e a capacidade do laboratório em executar as análises.
As amostras para análises físico-químicas deverão ser enviadas separadas daquelas destinadas às análises microbiológicas.
Quando aplicável às amostras devem ser enviadas em sua embalagem original, para evitar modificações em suas características.
As amostras para análises físico-químicas deverão ser acondicionadas em recipientes limpos e íntegros (sem perfurações, rachaduras).
A quantidade mínima de amostra a ser encaminhada deve ser de 500 g ou 1000 ml no caso de leite fluído.
Ao utilizar um termômetro, deve-se observar o limite de temperatura que o mesmo é capaz de medir, tomando-se o cuidado de não utilizá-lo para medição de temperaturas superiores à temperatura máxima da escala.
Para medição de amostra liquida, a mesma deve ser homogeneizada permitindo desta forma uma perfeita distribuição de calor.
Para medição de temperatura de um líquido em aquecimento, colocar o bulbo do termômetro aproximadamente no centro do recipiente que contém o líquido, para que se tenha uma medida correta (nas extremidades ou no fundo do recipiente a distribuição do calor é desigual).

Quando o peso ou volume unitário não atingir o mínimo estabelecido, deverão ser colhidas tantas unidades necessárias para se obtenção do quantitativo. Neste caso, cuidados especiais serão necessários para que todas as unidades que pertençam ao mesmo lote, partida e data de fabricação, a fim de serem mantidas as características de homogeneidade da amostra.
Em casos especiais, a amostra poderá ser acompanhada de relatório adicional, contendo informações que possam auxiliar o analista na condução do seu trabalho.
As amostras deverão ser acompanhadas de indicação precisa dos tipos de análises a serem realizadas.
Depois de colhidas, as amostras deverão ser acondicionadas adequadamente, para evitar qualquer alteração nas mesmas até sua chegada ao laboratório.
Assim, as amostras de produtos facilmente perecíveis deverão ser acondicionadas em recipientes isotérmicos, embaladas em sacos plásticos e acompanhadas de gelo ou outra substância refrigerante, cuidando-se sempre para que não haja contatos desses com a amostra.
Providências especiais deverão ser tomadas para que o tempo decorrido entre a colheita da amostra e sua chegada ao laboratório seja o mais breve possível, recomendando-se que seja evitada a utilização de mecanismos que impliquem em estocagem intermediária entre o ponto de colheita e o laboratório.
Somente devem ser aceitas para análise, amostras acondicionadas em embalagem lacrada pelo responsável que efetuou a coleta, sugerindo-se para tal, a utilização de lacre ou outro tipo de fechamento hermético, que não possa ser violado sem que se torne evidente. Tal providência se faz necessária para evitar a substituição ou adulteração da amostra entre o ponto de coleta e o laboratório, com reflexos no resultado da análise.
Todas as amostras que chegarem ao laboratório em condições diferentes das preconizadas devem ser recusadas, cabendo ao laboratório notificar o responsável que realizou a coleta as razões da não aceitação.

BRASIL. Ministério da Agricultura. Secretaria Nacional de Defesa Agropecuária. Laboratório Nacional de Referência Animal. Recomendações gerais. In: Métodos analíticos oficiais para controle de produtos de origem animal e seus ingredientes: métodos físicos e químicos. Brasília, DF, 1981. v. II, p. L/1-L/ 6.

Preparo da amostra

A amostra deverá ser armazenada em recipiente não absorvente e com tampa. Deve ser conservada refrigerada, evitando o congelamento até o momento da análise. Somente em alguns casos especiais é permitido o uso de conservantes, os quais não devem interferir nas análises a serem realizadas.
Os conservantes recomendados pela norma FIL 5OB (1985) são:
. bicromato de potássio: 1 g/ litro de leite;
. cloreto de mercúrio: 0,2 g/ litro de leite;
. formaldeído: 1,5 mL/ litro de leite.

Material para amostragem de leite

1. Frasco conservador de amostras (250 mL, rolha esmerilhada, boca larga, transparente ou semelhante);
2. Béquer de 300 – 500 mL;
3. Banho-maria 40 – 50ºC;
4. Termômetro escala -10 a +110ºC.

Agitador – Deve estar limpo e seco, ter área suficiente para agitar o produto e peso adequado para movimentá-lo rapidamente no leite.

Caneca coletora – Deve possuir cabo mínimo de 15cm com no mínimo 50 mL de capacidade e material de inox.

Agitador com cabo conforme sua utilização (1 mt para latão e 1,8 mt para tanque isotérmico).

Técnica (para latões, tanques isotérmicos)

a. Homogeneíze o leite (com agitador) pelo tempo de 30 segundos;
b. Meça a temperatura e registre;
b. Coletar com o béquer, cerca de 500 mL;
c. Para execução das análises a amostra deverá ser aquecida em banho-maria, regulando-a para 15 a 20ºC com transvases para o frasco conservador de amostras, e vice versa, evitando a incorporação de ar.

Técnica (sacos plásticos)

a. Ponha o saco plástico no banho-maria e quando em vez, pressione com os dedos, para homogeneizar;
b. Quando a temperatura estiver entre 15 – 20ºC, coloque no porta- saco (comum de leite);
c. Abra o saco, com tesoura, e verta no béquer a quantidade necessária.

2. Seleção de leite – triagem

2.1 Características sensoriais

a. Aspecto: líquido opaco;
b. Cor: branca ou levemente amarelada;
c. Odor: característico;
d. Sabor: característico.

e. Temperatura no momento da coleta: máximo de 7ºC.

Nota: o teste sensorial pelo quesito sabor não deve ser adotado como procedimento de seleção de leite, uma vez que "o leite cru" é também veículo de bactérias patogênicas.

2.2. Teste de álcool – teste de estabilidade

Possui a finalidade de estimar a estabilidade do leite em presença de solução alcoólica, cuja graduação empregada é proporcional ao rigor requerido no teste.
A coagulação ocorre por efeito da elevada acidez combinada à instabilidade salina e conseqüente desestabilização das micelas de proteínas pela exposição ao álcool.

Material:
1. Solução reagente de álcool etílico neutralizado a 72ºGL;
2. Tubos de ensaio;
3. Pipeta graduada, capacidade de 2 mL;
4. Suporte para tubos de ensaio;

Técnica:
a. Transferir, para um tubo de ensaio, partes iguais (2 mL) de leite e solução de álcool etílico a 72ºGL e misturar cuidadosamente.

Resultado:
a. Coagulação: leite sem resistência térmica (não poderá ser pasteurizado ou aquecido pois irá coagular, conseqüentemente, causar transtornos e perdas econômicas na produção);

b. Coagulação fina: leite com pequena resistência térmica (igualmente ao leite coagulado poderá causar danos se pasteurizado).

c. Sem coagulação: leite normal (poderá ser submetido a processo de pasteurização e fervura, como na produção de doce de leite).

Como neutralizar o álcool etílico:
Transferir o volume de álcool etílico desejado para um béquer. Adicionar 5 gotas de solução alcoólica de fenolftaleína m/v a 1 %. Agitar lentamente com um bastão de vidro. Não ocorrendo alteração de cor, gotejar solução de hidróxido de sódio 1 N ou 0,1 N até leve coloração rosada. Agitar lentamente com o bastão. Desaparecendo a cor, continuar com a adição de solução de hidróxido de sódio 0,1 N até leve coloração rósea persistente.

2.3 - Teste de alizarol – teste de estabilidade

Baseia-se no mesmo princípio do teste do álcool, na presença de um indicador de pH (alizarina).
Permite estimar o perfil de acidez do leite, auxiliando na diferenciação entre o desequilíbrio salino e a acidez excessiva.
Com o teste de alizarol podemos verificar se o leite está ácido ou alcalino, pela presença do indicador alizarina.
O leite testado nos fornece a segurança se o mesmo poderá ou não ser pasteurizado (aquecido), pois o leite ácido tende a "talhar" quando submetido ao

calor! Quanto maior a graduação alcoólica da solução de alizarol mais rigoroso o teste e a seleção.

Material:
1. Solução de alizarol a 72ºGL;
2. Tubos de ensaio;
3. Pipeta graduada, capacidade de 2 mL;
4. Suporte para tubos de ensaio.

Técnica:
a. Transferir, para um tubo de ensaio, partes iguais (2 mL) de leite e solução de alizarol a 72ºGL e misturar cuidadosamente.

Resultado:
a. Leite normal: coloração rósea - salmão e sem grumos (o leite resiste ao processo de pasteurização).

b. Leite em processo de acidificação: coloração rósea - salmão com grumos (o leite instável não resistindo ao processo de pasteurização).

c. Leite ácido: coloração amarela (leite que possivelmente não irá resistir ao processo de pasteurização ou aquecimento).

d. Leite alcalino ou suspeita com água: coloração arroxeada ou violeta (pode ser um indicativo da presença de água, leite originário de vacas com mamite ou leite adicionado de redutores como hidróxido de sódio).
Embora possa resistir ao processo de pasteurização, pode estar com sua composição alterada, conseqüentemente alterando o processo tecnológico ou produto final.

2.4 - Teste de cocção
É um teste simples que visa testar a resistência do leite quando submetido ao aquecimento. A proteína do leite tende a desestabilizar quando submetida ao calor em função do efeito do desequilíbrio salino-ácido do mesmo, ou seja, leite ácido é instável ao calor.

Material:
1. Tubos de ensaio;
2. Pipeta graduada, capacidade de 5 mL;
3. Suporte para tubos de ensaio;
4. Lamparina a álcool ou bico de Bunsen;
5. Garra para tubos de ensaio.

Técnica:
a. Transferir, para um tubo de ensaio, 5 mL de leite e ferver em chama com o auxilio da lamparina ou bico de Bunsen, agitando continuamente.

Resultado:
a. Coagulação: leite sem resistência térmica (não poderá ser pasteurizado ou aquecido pois irá coagular, conseqüentemente, causar transtornos e perdas econômicas na produção);

b. Coagulação fina: leite com pequena resistência térmica (igualmente ao leite coagulado poderá causar danos se submetido à pasteurização).

c. Sem coagulação: leite normal (poderá ser submetido a processo de pasteurização e fervura, como na produção de doce de leite).

2.5 - Análise de acidez pelo método Dornic
O teste de acidez pelo método Dornic visa à determinação quantitativa da acidez do leite, com utilização do reagente de Dornic com indicador fenolftaleína.

Material:
1. Pipeta volumétrica, capacidade de 10 mL;
2. Erlenmeyer de 125 mL;
3. Acedímetro de Dornic;
4. Solução Dornic (Hidróxido de Sódio 0,111 (N/9);
5. Fenolftaleína 1% m/v, alcoólica neutralizada SI.

Técnica:
a. Transferir, para o erlenmeyer, 10 mL de leite com auxílio da pipeta volumétrica;
b. Adicionar 3 a 5 gotas da fenolftaleína;
c. Titular com a solução Dornic, até viragem, que se reconhece pela alteração da cor branca para róseo claro e interpretar resultado.

Resultado:
Cada 0,1 mL de solução Dornic gasto na titulação corresponde a 1ºD. Cada 1ºD corresponde a 0,01% (m/v) ou 0,1 g/ litro de ácido lático.

Ex: 16º D (graus Dornic) corresponde a 1,6 gramas de ácido lático por litro de leite.

Parâmetros de acidez:

Leite normal: 15 a 18°D	Leite ácido: acima de 18°D
Fermento lático: 80 a 90°D	Soro após o corte: 11 a 13°D
Água: (não possui acidez)	Soro de massa de mussarela ao filar: 60 a 65°D

Comentários:
A acidez do leite pode variar em função de inúmeros fatores como por exemplo pela proliferação bacteriana (fermentação da lactose) devido a deficiência de refrigeração; estágio de lactação (o colostro possui acidez mais elevada); saúde do animal (mamite abaixa a acidez do leite); fraudes por aguagem e neutralizantes.

3 - Densidade

Um litro de leite à temperatura de 15ºC, deverá conter o peso de 1028 a 1032 gramas.

Material:
1. Proveta graduada de 250 mL;
2. Termolactodensímetro.

Técnica:
a. Transferir cerca de 250 mL do leite para proveta, lentamente, evitando formação de espuma (preferencialmente a temperatura de 15ºC);
b. Introduza cuidadosamente o termolactodensímetro (girando-o para romper a tensão superficial);
c. Depois de sua estabilização anote o resultado da temperatura (T) e densidade (Dt) lida.

Correção:
A análise de Densidade deve ser feita preferencialmente com o leite regulado para a temperatura de 15ºC, bastando fazer a leitura direta no termolactodensimetro.
A densidade deverá ser convertida com auxílio da tabela, quando se proceder à análise com temperaturas diferentes de 15ºC.

Tabela de correção da densidade em anexo.

Comentários:
Alguns fatores influenciam a densidade do leite como:
a. Temperatura que se faz na leitura.
b. Composição do leite: um leite naturalmente baixo em seu teor de gordura, tende a possuir uma densidade menor que um leite rico em gordura; aparentemente o leite rico em gordura deveria possuir uma densidade menor (pois a densidade relativa da gordura é baixa), porém ao aumentar seu teor de gordura, os sólidos não desengordurados são elevados proporcionalmente compensando a densidade baixa da gordura.
c. O leite desnatado possui a densidade superior ao leite normal, acima de 1.032 até 1.035 gramas por litro.

4 - Gordura

É um dos mais importantes componentes do leite, afetando diretamente rendimento econômico, sabor, aroma, textura e consistência do queijo. A análise da gordura pode ser utilizada para pagamento ao produtor de leite por qualidade.
O principio básico da análise de gordura do leite, baseia-se na separação e quantificação da gordura pelo emprego do ácido sulfúrico e álcool isoamilico.
O ácido dissolve as proteínas que se encontram ligadas à gordura, diminuindo a viscosidade do meio, aumentando a densidade da fase aquosa e fundindo a

gordura, devido à liberação de calor proveniente da reação, o que favorece a separação da gordura pelo extrator (álcool isoamilico).
A leitura é feita na escala graduada do butirômetro, após centrifugação e imersão em banho-maria.

Material:
1. Butirômetro de Gerber para leite;
2. Estante para butirômetros;
3. Pipeta volumétrica de 11 mL;
4. Dosador volumétrico para ácido sulfúrico de 10 mL;
5. Dosador volumétrico para álcool isoamílico de 1 mL;
6. Centrifuga para 4 ou 8 provas;
7. Ácido sulfúrico (dens 1,820 a 1,825/ 15ºC);
8. Álcool isoamílico R (dens. 0,810/ 15ºC).

Técnica:
a. Transferir diretamente para o butirômetro de Gerber 10 mL de ácido sulfúrico;
b. Adicionar lentamente, 11 mL de amostra com auxílio de uma pipeta volumétrica, inclinando a pipeta e deixando fluir pelas paredes internas do butirômetro, evitando a "queima do leite" ao entrar em contato com o ácido (o que irá dificultar a leitura);
c. Acrescentar 1 mL do álcool isoamílico;
d. Limpar o gargalho com papel absorvente e vedar com rolha própria;
e. Envolver numa toalha umedecida, colocando o bulbo maior na palma da mão de forma tal que o dedo polegar exerça pressão sobre a tampa, impedindo sua projeção e agitar até completa dissolução do coágulo, invertendo algumas vezes com cuidado;
f. Colocar os butirômetros na centrifuga, balanceando o lado oposto com outro butirômetro (o qual pode ser fazer simultaneamente outra determinação) ou utilizar um butirômetro carregado com água. Centrifugar por 4 a 5 minutos a 1200 rpm;
g. Retire, deixe em banho-maria à 65°C por 2 - 3 minutos e faça a leitura imediatamente pela coluna transparente de gordura separada. Resultado direto (% de gordura).

Comentários:
A amostragem correta do leite para análise de gordura é de grande importância na determinação do resultado final devendo ser representativa e cuidadosamente aplicada.

5 - Extrato Seco Total (EST)
Método por Instrumento – Disco de Ackermann
Os sólidos totais ou extrato seco total do leite, constituem a somatória de todos os componentes do mesmo excluindo a água.
A utilização do Disco de Ackermann constitui um método simples, prático e preciso a ser utilizado em laboratórios de rotina, constituindo o método escolhido para o dia a dia de uma fábrica de queijos.

Para aplicação desta metodologia é possível a determinação do EST (extrato seco total) por meio da densidade e do teor de gordura de uma amostra, com utilização do DISCO DE ACKERMANN.

Técnica:
a. Girar o disco, firmando pelo pino central, fazendo coincidir a densidade a 15ºC com a gordura lida, nas escalas respectivas.
b. Fazer a leitura na escala exterior (extrato seco) indicada pela seta do disco. Leitura direta como % de extrato seco total do leite.

6 - Extrato Seco Desengordurado (ESD)
O extrato seco desengordurado refere-se à parte sólida do leite (nos quais estão presentes as proteínas, lactose, sais minerais e traços) excluindo a gordura.
O extrato seco desengordurado é obtido pela diferença do extrato seco total menos a gordura.

Ex: Leite com 11,8% de EST e 3,5% de gordura = 8,3% de ESD

7 - Determinação do pH
Através da determinação do pH (potencial hidrogeniônico) é possível avaliar o grau de fermentação do leite ou produtos lácteos, conseqüentemente as condições ácido-básicas dos mesmos.

Material:
1. pHmetro portátil ou de bancada;
2. Termômetro de mercúrio -10 a +110ºC;
3. Becker plástico de 50 mL;
4. Becker plástico de 100 mL;
5. Pisseta de 500 mL;
6. Papel absorvente;
7. Eletrodo para sólidos (para medição de queijos);
8. Eletrodo para líquidos (para medição de leite e água);
9. Água destilada;
10. Solução tampão pH 7,00;
11. Solução tampão pH 4,00;
12. KCL (cloreto de potássio) 3M.

Técnica:
Após ligar o aparelho, estabilizá-lo e seguir as instruções de calibração no manual do aparelho.
Uma vez calibrado, enxaguar o eletrodo com água destilada e secar com papel absorvente de cima para baixo, bem levemente com as mãos. As amostras deverão estar a 20 ou 25ºC de temperatura (vide instruções no aparelho).

Alguns aparelhos possuem o eletrodo para medição da temperatura, permitindo desta forma a conversão automática leitura lida/ temperatura da amostra.

Resultado:
É expresso em unidades de pH com duas casas decimais. Em pH 7,00 é neutro, acima alcalino e abaixo o meio é ácido.

Leite normal: 6,70 a 6,80
Queijo no dia seguinte: 5,00 a 5,20
pH da massa de filagem: 5,00 a 5,20
Iogurte no ponto: 4,60

7.1 - Calibração do eletrodo
O eletrodo combinado permite somente medições relativas ao pH. Além disso, seus potenciais estão sujeitos a certos desvios no decorrer do tempo.
Portanto é necessário calibrá-los com soluções de referência ou buffer, com pH conhecido. A calibração do eletrodo deverá ser executada ao menos uma vez por semana ou com frequência maior, quando necessário.

Procedimentos:
a. Durante a calibração, o eletrodo deve ser limpo ao mudar de uma solução para outra, lavando-o com água destilada e secando-o com papel absorvente de qualidade.
b. Somente guardá-lo devidamente limpo, mantendo o bulbo imerso em solução de KCl.
c. Selecione a tecla CALIBRAR ou CALIBRA.
d. Será solicitado que se mergulhe o eletrodo na solução buffer de pH 7,00.
e. Acione a tecla enter ou sim e aguardar.
f. Será solicitada a solução cujo pH é 4,00. Enxaguar primeiro o eletrodo com água destilada e limpar levemente com papel absorvente.
g. Mergulhar o eletrodo na solução pH 4,00, teclar enter ou sim e aguardar.
h. Após alguns instantes aparecerá o percentual de qualidade do eletrodo.
i. Finalizar a operação.

Resultados:
a. 90 a 100%: O eletrodo esta dentro de sua vida útil para funcionamento e calibra normalmente.
b. 80 a 90%: O eletrodo esta no final de sua vida útil ou a solução tampão esta contaminada. Deve-se rever a solução para calibração, adquirindo nova solução e enviar o eletrodo para revisão.
c. menos que 80%: A vida útil do eletrodo se esgotou e deve ser substituído, incluindo nova solução tampão (pH 4,00 e 7,00).

Importante: Nunca utilizar o eletrodo na solução tampão diretamente. Adicionar um pouco em um béquer previamente limpo e seco, descartando-a após o uso.

8 - Crioscopia

A crioscopia do leite corresponde à medição do ponto de congelamento ou da depressão do ponto de congelamento do leite em relação ao da água. A composição normal do leite gera um valor aproximado de -0,531ºC (-0,550ºH) para o ponto crioscópico.

A incidência de fraude de leite por adição de água afeta diretamente sua composição ocasionando perda do valor nutricional, aumento em custos de transportes (transporta-se água como leite), queda de rendimento e inúmeros fatores relacionados à matéria prima de baixa qualidade. A determinação do ponto de congelamento com conseqüente avaliação da qualidade do leite é a metodologia usual e oficial para monitoramento desta qualidade e detecção de fraude por aguagem.

Para medição do ponto crioscópico do leite utiliza-se crioscópio eletrônico.

Para operação do aparelho devem-se seguir as instruções do fabricante. O procedimento empregado nos modelos usuais de crioscópios preconiza o acionamento do botão de operação, que fará com que o cabeçote abaixe, empurrando o tubo contendo a amostra na solução refrigerante (glicerina, água destilada e álcool etílico, na proporção de 1+1+2), iniciando o processo de super-resfriamento. Quando o mostrador atingir aproximadamente -3ºC (3000), a haste do vibrador causará uma intensa agitação da amostra, liberando o calor de fusão e a temperatura subirá até o “plateau”, permitindo a leitura do ponto de congelamento.

Material:

a. Crioscópio eletrônico, ligado a rede elétrica estabilizada, composto de banho de refrigeração controlado por termostato, sonda termostática com circuito associado e leitor. O agitador para amostra deverá ter uma amplitude de vibração lateral e aproximadamente, 1,5 mm, sem tocar nas paredes do tubo e sonda termostática. A leitura deverá ser realizada assim que a temperatura da amostra após o congelamento estabilize com uma variação de ± 0,001ºC por no mínimo 20 segundos.

b. Tubos de ensaio, apresentando 50,8± 0,1 mm de comprimento, 16± 0,1 mm de diâmetro externo e 13,5± 0,1 mm de diâmetro interno. A espessura da parede deverá variar menos que 0,1 mm. Os tubos deverão receber uma marca 29,8 mm abaixo da borda (21 mm acima da base) a fim de indicar um volume de leite igual a 2,5 ± 0,1 mL.

Conversão entre as escalas:

ºC = 0,9656 x ºH

ºH = 1,0356 x ºC

9 - Análise de inibidores

Visa avaliar possíveis resíduos de inibidores (principalmente antibióticos) na matéria-prima, oriundos da produção leiteira, capazes de causar danos à saúde do consumidor e alterar o processo fermentação que ocorre na produção de queijos e leites fermentados como iogurtes.

Atualmente existem inúmeros testes para determinação de resíduos antibióticos em leites, com amplitudes diferenciadas de detecção assim como o antibiótico presente. Nossa opção foi pelo teste Devoltest.

Material:

1. Banho-maria a 65ºC;
2. Banho-maria c/ controle de aquecimento;
3. Agitador de tubos vortex;
4. Pipeta automática 0,1 mL;
5. Estante p/ tubos Devoltest;
6. Kit de análise;
7. Termômetro de mercúrio –10º a +110ºC.

Técnica:

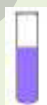
a. Colocar as amostras em banho-maria e aquecê-las a 80ºC/5 minutos resfriando imediatamente.

b. Pipetar 0,1 mL de cada amostra, usando uma ponteira para cada amostra e colocar no tubo Devoltest;

c. Deixar um tubo controle junto com os outros e incubar a 65ºC/ 2h 30' a 3:00 h.

Resultado:

Aguardar até que o tubo de controle fique amarelo e comparar com os outros.

Roxo (+) presença de inibidores

Amarelo (–) ausência de inibidores

10 - Análise de redutase

Constitui um método para estimar o teor bacteriano do leite graças à correlação existente entre o número de bactérias presentes e o tempo de redução do azul de metileno. Em geral, o tempo de redução é inversamente proporcional ao número de bactérias presentes no leite.

O fundamento da prova baseia-se no fato das bactérias consumirem o oxigênio do leite, através de seu processo respiratório, daí resultando na redução do corante, assim quanto maior o número de bactérias presentes no leite, maior o consumo de oxigênio e mais rápido será a perda da coloração do leite.

A presença de substâncias inibidoras no leite (antibióticos) ocasiona resultados errôneos classificando como leite de excelente qualidade (pelo longo tempo de

redução do corante, uma vez que o inibidor irá atuar sobre a flora presente, reduzindo-a).
O teste de redutase deve ser precedido ou executado em paralelo com o teste de inibidor (para antibióticos).

Material:
1. Tubos de ensaios esterilizados c/ rosca 16x150 mm;
2. Estante p/ tubos de ensaios;
3. Pipeta graduada 10 mL esterilizada;
4. Pipeta graduada de 1 mL;
5. Termômetro –10+110ºC;
6. Banho-maria regulado para 37ºC;
7. Solução de azul de metileno.

Técnica:
a. Adicionar 10 mL de leite em um tubo de ensaio;
b. Aquecer os tubos em banho-maria regulado para 37ºC;
c. Adicional 1 mL de azul de metileno e inverter os tubos 3 vezes para misturar o corante e distribuir a gordura;
d. Marcar o fim da operação como o horário inicial.

Resultado:
a. Fazer a 1ª observação após 30 minutos e as demais a cada 60 minutos. A cada observação os tubos que apresentarem redução (perda da cor) de 80% deverão ser registrados;
b. Após cada período de observação (30/ 60/ 60/ 60...minutos), os tubos devem ser invertidos lentamente uma única vez, e re-incubados (agitação violenta pode causar a incorporação de oxigênio e oxidação do redutor). Esta operação de inversão visa redistribuir a gordura do leite, que por ser mais leve, tende a ascender à superfície, carregando consigo microrganismos.

Classificação:
Leite A: min 5:30 horas
Leite B: min 3:30 horas
Leite C: min 1:30 horas

Obs.: os tempos devem ser respeitados, desde que o leite tenha dado inibidor negativo.

11- Lactofermentação

A prova de lactofermentação é utilizada em muitas indústrias de laticínios para se apreciar a qualidade bacteriológica do leite destinado às fabricações de queijos. A velocidade da coagulação do leite e aspecto da coalhada obtida nos fornece indicações quantitativas e principalmente qualitativas sobre a flora microbiana presente no leite. Certamente o método é aproximativo, porém simples e sem custos. O teste consiste em manter certa amostra de leite em estufa ou banho-

maria, na temperatura de 37ºC até o momento onde, devido à influência do desenvolvimento de microrganismos, ocorre o processo de fermentação com conseqüente coagulação do mesmo.
Durante a incubação as amostras devem ser monitoradas, tomando-se nota do tempo decorrido entre o inicio da incubação e a coagulação, assim como as propriedades e características da coalhada formada e soro.
A lactofermentação é uma prova prática que nos permite selecionar o leite visando à produção de queijos "especiais" que não podem ser influenciados pela flora lática presente naturalmente no mesmo.

Material:
1. Tubos de ensaio com tampa e rosca 16 x 150 mm;
2. Pipeta graduada, esterilizada de 10 mL;
3. Banho-maria regulado para 37ºC.

Técnica:
a. Em um tubo de ensaio, esterilizado, adicionar 10 mL do leite a ser testado. Tampar com rolha ou tampa de rosca também esterilizado;
b. Incubar a 37ºC.

Resultado:
Decorridos 18 a 24 horas, o conteúdo dos tubos deverão ser examinados, procedendo à classificação do leite. Na maioria dos casos, pode-se combinar a prova de redutase com a lactofermentação utilizando-se o tubo de leite adicionado de azul de metileno e deixando-o em banho-maria após a descoloração até a coagulação. A temperatura do banho-maria deverá ser mantida rigorosamente a 37ºC (± 1ºC). A fim de facilitar a interpretação da lactofermentação, os principais tipos de resultados foram a seguir reunidos:

Tipos de coágulos	Pontos a serem examinados
homogêneo	. aspecto do coágulo
floculoso	. bactérias predominantes
digerido	. origem das bactérias
sulcado	. conseqüências tecnológicas da presença destas bactérias
caseoso	
ausência de coágulo	

Coágulo homogêneo:
Aspecto da coalhada → compacta, com pouco soro na superfície, com algumas bolhas ou riscos na superfície, branco, fosco e odor um pouco ácido.
Flora presente → flora mesofilica com desenvolvimento ótimo de 20 a 40ºC.
Consequências tecnológicas → a flora lática presente neste leite não ocasiona problemas de fabricação ou de fermentação; leite apto para uso.

Coágulo floculoso:
Aspecto da coalhada → coalhada em flocos, desprendimento de soro branco ou amarelo.
Flora presente → mofos e leveduras (temperatura ótima de 20 a 22ºC); Pseudomonas e Achromobacter (psicrofilicas com temperatura ótima de 3 a 15ºC).
Consequências tecnológicas → sabor desagradável (nos produtos finais como creme, coalhada, queijos). Sabor de malte em leite concentrado com açúcar. Sabor amargo ou de batata em manteiga e queijo. Sabor de ranço em manteiga e queijo (gosto "ardido").
Origem dos germes → deficiência de higiene e sanitização na produção e pós produção leiteira.

Coágulo digerido:
Aspecto da coalhada → alveolar, soro no fundo do tubo, esponja retraída.
Flora presente → bactérias anaeróbias do tipo Clostridium com temperatura ótima para desenvolvimento na faixa de 30 a 37ºC.
Consequências tecnológicas → estufamento tardio, putrefação branca em massas cozidas ou prensadas. Alteração em leites longa vida e queijos fundidos.
Origem dos germes → silagens deficientes, polpas de frutas e fezes. Ressalvas na utilização deste leite para elaboração de queijos com longa maturação.

Coágulo sulcado:
Aspecto da coalhada → bolhas na coalhada, odor desagradável, aspecto ligeiramente esponjoso.
Flora presente → associação da flora lática e flora coliforme e aerogenes com temperatura ótima de desenvolvimento de 20 a 37ºC. Enterococcus, Staphilococcus, Micrococcus com temperatura ótima de desenvolvimento na faixa de 30 a 37ºC.
Consequências tecnológicas → sabor desagradável em queijos, estufamento precoce, presença de gás nos produtos, alcalinização nos leites, sabor de queijos na manteiga (coliformes).
Origem dos germes → forragens, excrementos, deficiência de higiene e sanitização na produção leiteira.

Coágulo caseoso:
Aspecto da coalhada → coalhada mais ou menos depositada, soro esverdeado, pouco ácido.
Flora presente → Bacilos esporulados (B. subtilis) temperatura ótima de desenvolvimento de 37ºC; Micrococcus (M. caseoliticus e M. liquefaciens); Proteus vulgaris; leveduras (Torula) temperatura ótima de desenvolvimento de 20ºC; fungos (Geotrichum, Mucor, Penicillium) temperatura ótima de desenvolvimento de 20 a 22ºC.
Consequências tecnológicas → sabor amargo, ranço, sabor de bolor na manteiga, sabor de azedo, olhaduras e sabor azedo em massas moles.

Origem dos germes → poluição atmosférica dos estábulos (distribuição de forragens), deficiência de higiene e sanitização em todo processo de produção leiteira.

Ausência de coágulo:
Causas → leite muito pobre em flora lática, presença de antibióticos e anti-sépticos, leite mamitosos, filante odor ruim, coloridos com depósito de pus.
Flora presente → Streptococcus (St. agalactiae), Colibacillus, Bacillus pyogenes, fungos e leveduras.
Consequências tecnológicas → leite impróprio para iogurtes e queijos e ao tratamento térmico.

12 - Teste de redução da Resazurina
Este teste, apresenta certa semelhança com o teste de azul de metileno, usando como indicador a resazurina, com o objetivo de estimar a qualidade microbiológica do "leite cru".
Esta substância, apresenta-se com coloração azul em leite dito normal (pH de 6,6 a 6,8), é reduzida para resorufina, de coloração rosa, pelo abaixamento do potencial de oxi-redução do leite.
A mudança de coloração de azul para rosa é efetuada através de algumas variações de cores:

azul para roxo → para lavanda → para rosa

Após a redução, a resorufina é transformada em hidro-resorufina (incolor).

Material:
1. Tubos de ensaios esterilizados c/ rosca 16x150 mm;
2. Estante p/ tubos de ensaios;
3. Pipeta graduada 10 mL esterilizada;
4. Pipeta graduada de 1 mL;
5. Termômetro –10+110ºC;
6. Banho-maria regulado para 37ºC;
7. Solução de resazurina.

Técnica:
a. Adicionar 10 mL de leite em um tubo de ensaio e 1 mL de resazurina;
b. Aquecer os tubos em banho-maria regulado para 37ºC;
c. Inverter os tubos 3 vezes para misturar o corante e distribuir a gordura;
d. Marcar o fim da operação como o horário inicial;
e. Incubar a 37ºC.

Resultado:
Após 60 minutos retirar os tubos de ensaio do banho-maria ou estufa e fazer a classificação:

Leite:
Azul = ótimo
Roxo = bom
Lavanda = regular
Rosa = ruim
Branco = péssimo

13 - Sangue

A determinação da presença de sangue em leite é fundamentada na separação das hemácias por centrifugação.

Material:
1. Tubo para centrifuga;
2. Estante para tubos;
3. Pipeta volumétrica de 10 mL;
4. Centrifuga para 4 ou 8 provas;

Técnica:
Colocar 10 mL de leite “in natura” em tubo de centrífuga e centrifugar a 1200 rpm por 5 minutos.

Resultado:
Em presença de sangue forma-se um depósito avermelhado no fundo do tubo.

Pesquisa de Alcalinos

Com exceção da fraude por aguagem, a neutralização do leite com agentes alcalinos (hidróxido de sódio ou soda cáustica, bicarbonato de sódio e carbonatos) é com certeza a adulteração mais comum e frequentemente empregada para mascarar a alteração do leite sofrida pelo excesso de acidez.
O leite adulterado com alcalinos e classificado como bom é resultado de péssimas condições higiênicas, deficiências de armazenamento, transporte e refrigeração.
Muito importante é considerar que este tipo de matéria prima possui um elevado conteúdo bacteriano e enzimático, com danos irreversíveis para a empresa, produto e consumidor.
A neutralização excessiva altera consideravelmente a composição química do leite, saponificando sua gordura e hidrolizando suas proteínas, alterando o sabor, textura, consistência e retardando coagulação no processo de produção de queijos.

1. Neutralizantes da acidez - método ácido rosólico
A presença de alcalinizantes na amostra é revelada pela ação do ácido rosólico usado como indicador.

Material:
1. Pipetas graduadas de 5 e 10 mL;
2. Tubo de ensaio sem rosca 20 x 200 mm;
3. Estante para tubo de ensaio;
4. Álcool etílico p.a. neutralizado;
5. Solução de ácido rosólico a 2% (m/v) em álcool etílico neutralizado.

Técnica:
a. Em tubo de ensaio, colocar 5 mL de leite e adicionar 10 mL de álcool etílico neutralizado;
b. Agitar e adicionar 2 gotas de solução de ácido rosólico a 2 %.
c. Fazer uma prova em branco com álcool etílico e solução de ácido rosólico a 2 % e comparar as cores.

Resultado:
Positivo: coloração vermelho-carmim

2. Hidróxido de Sódio
Material:
1. Contas gotas;
2. Pipeta graduada de 5 mL;
3. Tubo de ensaio sem rosca 20 x 200 mm;
4. Estante para tubo de ensaio;
5. Reagente azul de bromotimol.

Técnica:
a. Medir 5 mL de leite em tubo de ensaio e adicionar 4 gotas de azul de bromotimol.

Resultado:
Coloração esverdeada: (+) positivo para alcalinos

Coloração amarela: (-) negativo

3. Bicarbonato de Sódio
Material:
1. Papel de filtro qualitativo;
2. Pipeta graduada de 5 mL e 10 mL;
3. Funil de vidro;
4. Becker de 50 mL;
5. Bastão de vidro;
6. Conta gotas;
7. Álcool absoluto;
8. Ácido rosólico 1%.

Técnica:
a. Medir 5 mL de leite;
b. Medir 10 mL de álcool absoluto e misturar;
c. Filtrar com papel de filtro;
d. Adicionar 6 gotas do ácido rosólico 1%.

Resultado:
Coloração vermelho carmim: (+) positivo para alcalinos

Coloração alaranjada: (-) negativo

3.1 - Bicarbonatos e outros alcalinos
A adição de solução alcoólica de alizarina ao leite desenvolverá uma coloração violácea, indicando a presença de bicarbonatos ou outros alcalinos.
Seguir o método de alizarol para esta pesquisa.

4. Hipocloritos
O teste se dá pela adição de iodeto de potássio ao leite, que promoverá desenvolvimento de coloração alaranjada em presença de hipoclorito devido à liberação de iodo.

Material:
1. Iodeto de Potássio 10% (m/v) SR (conservar sob refrigeração);

2. Pipeta graduada de 1 mL;
3. Tubo de ensaio;
4. Suporte para tubos de ensaio.

Técnica:
a. Misturar no tubo de ensaio partes iguais de leite (1 mL) e de iodeto de potássio 10%;
b. Agitar e observar imediatamente a coloração formada.

Resultado:
Coloração alaranjada: (+) positivo para hipoclorito.

Pesquisa de Conservantes

A fraude pela adição de conservantes ao leite visa à redução da flora original, desenvolvida após ordenha pela não observância de corretas práticas de manejo e higiene, assim como armazenamento do mesmo. O conservante possui ação bactericida que atua diretamente sobre a flora presente, mascarando a qualidade e podendo finalmente causar distúrbios ao consumidor, pela ingestão de resíduos químicos que não devem estar presentes no produto final ou leite de consumo.

1. Peróxido de Hidrogênio

A detecção de peróxido de hidrogênio no leite se dá pela formação de coloração salmão em presença de guaiacol. A enzima peroxidase (naturalmente presente no leite), degrada o peróxido de hidrogênio, oxidando o indicador tetraguaiacol, responsável pela coloração característica. O teste apresenta melhor desempenho em amostras de “leite cru” pelo fato da enzima, apresentar-se, em maior quantidade em amostras que não sofreram tratamento térmico.

Material:
1. Guaiacol 1% (v/v) alcoólico;
2. Tubos de ensaio;
3. Pipeta graduada, capacidade 2 mL;
4. Pipeta graduada, capacidade 10 mL;
5. Suporte para tubos de ensaio.

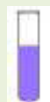
Técnica:
a. Misturar em um tubo de ensaio, 10 mL de leite cru e 2 mL de guaiacol 1% SR e agitar.

Resultado:
Coloração salmão: (+) positivo para peróxido

2. Formol – método A

O método é baseado na reação de Leach, a qual emprega cloreto férrico para detecção de formol, evidenciando-se pela formação de coloração violácea, em proporção de 1/200 até 1/20.000.

Material:
1. Ácido Cloridrico p.a.;
2. Cloreto Férrico 2,5% (m/v) SR;
3. Pipeta graduada, capacidade 1 mL;
4. Pipeta graduada, capacidade 2 mL;
5. Suporte para tubos de ensaio;
6. Tubos de ensaio;
7. Bico de Bunsen ou Lamparina a álcool;
8. Garra para tubos de ensaio.

Resultado:
Coloração violeta: (+) positivo para formol

Coloração amarela: (-) negativo

3. Formol – método B
O princípio do teste se baseia no fato de que o formaldeído quando aquecido com ácido cromotrópico em presença de ácido sulfúrico, origina um produto de condensação que oxidado posteriormente transforma-se em um composto p-quinoidal de coloração violeta.

Material:
1. Banho-maria;
2. Bico de Bunsen ou placa aquecedora;
3. Balão de Kjeldahl de 500 mL;
4. Condensador de Liebig;
5. Erlenmeyer de 125 mL;
6. Pipeta graduada de 5 mL;
7. Provetas de 25 e 200 mL;
8. Tubo de ensaio de 25 mL.
9. Ácido fosfórico p.a.;
10. Solução de ácido cromotrópico sal dissódico dihidratado a 0,5 % (m/v) em solução de ácido sulfúrico a 72 % (v/v);
11. Solução referência de formalina: solução de formaldeído a 37 % na diluição de 1:100.000 (v/v).

Técnica:
a. Medir 100 mL de leite homogeneizado e passar para balão de destilação juntamente com 100 a 150 mL de água. Acidificar com 2 mL de ácido fosfórico p.a.
b. Destilar lentamente recolhendo cerca de 50 mL de destilado.
c. Em tubo de ensaio colocar 5 mL de solução de ácido cromotrópico a 0,5 % e 1 mL de destilado.
e. Colocar em banho-maria durante 15 minutos.

Resultado:
Positivo: coloração violácea
Para obter um testemunho da prova positiva fazer um teste com a solução de referência.

Pesquisa de Reconstituintes

A fraude por adição de água altera a composição físico-química do leite. O adulterante ou reconstituinte visa mascarar índices de crioscopia, densidade, refração, atribuindo ao leite uma característica "normal".

1. Amido

A presença de amido no leite é verificada pelo desenvolvimento de coloração azulada após aquecimento e adição de solução de iodo/ iodeto de potássio (lugol) à amostra. O aquecimento promove a abertura da cadeia heliocoidal da molécula do amido, permitindo a adsorção do iodo com o desenvolvimento da coloração característica após resfriamento.

Material:
1. Solução de lugol;
2. Tubos de ensaio;
3. Pipeta graduada, capacidade 1 mL (conta gotas);
4. Pipeta graduada, capacidade 5 mL;
5. Suporte para tubos de ensaio;
6. Lamparina álcool ou bico de Bunsen;
7. Pinça de madeira.

Técnica:
a. Misturar em um tubo de ensaio, 5 mL de leite;
b. Ferver;
c. Resfriar em água corrente;
d. Acrescentar 5 gotas de solução de lugol.

Resultado:
Coloração azul: (+) positivo para amidos

Preparo da solução de lugol:
a. Pesar em um Becker de 500 mL, 100 gramas de iodeto de potássio p.a. e 50 g de iodo p.a.;
b. Dissolver com auxílio de água destilada, e transferir quantitativamente para um balão volumétrico de 1000 mL;
c. Fazer aproximadamente 5 lavagens no béquer, com pequenas porções de água destilada, transferindo para o balão;
d. Completa o volume do balão com água destilada, tampar e misturar por inversões;
e. Armazenar em frasco âmbar ao abrigo da luz.

2. Cloretos

Baseia-se na reação do nitrato de prata com cloretos, em presença de cromato de potássio como indicador.

Quando o teor de cloretos é normal, a quantidade de nitrato de prata adicionada é excessiva, reagindo com o indicador para produção de coloração marrom. Por outro lado, quando o teor de cloretos é elevado, haverá um maior consumo de nitrato de prata, diminuindo a intensidade da coloração marrom. A reação desenvolve-se em pH ajustado.

Material:
1. Nitrato de Prata 0,1 mo/L SR;
2. Cromato de Potássio 5% (m/v) SR;
3. Tubos de ensaio 20 x 200 mm;
4. Pipeta graduada, capacidade 1 mL;
5. Pipeta graduada, capacidade 5 mL;
6. Suporte para tubos de ensaio.

Técnica:
a. Misturar em um tubo de ensaio, 10 mL de leite, 4,5 mL nitrato de prata e 0,5 ml cromato de potássio, agitar.

Resultado:
Coloração amarela: (+) positivo para cloretos

Coloração marrom (tijolo): normal (0,14 a 0,16%)

Comentários:
A determinação quantitativa de cloretos é de grande relevância no aspecto clinico, pois variações anormais no conteúdo salino do leite podem representar a incidência de anormalidade na glândula mamária. A porcentagem de cloretos presentes no leite, não é constante e podem variar também com o estágio de lactação (muito elevado no colostro), idade do animal e pela própria alimentação.
Quando um animal padece de mamite o conteúdo de lactose do leite é reduzido, aumentando o teor de cloretos.
O teor de cloretos em leite provenientes de úberes normais, raramente excede 0,14%**,** sendo que em animais enfermos pode-se chegar a 0,3%.
A quantificação do teor de cloretos é útil para investigar a mamite em leite proveniente de um único animal.
O leite com elevado teor de cloretos, normalmente possui atividade lipolítica elevada representando uma ameaça à qualidade de queijos pelo aparecimento do sabor de ranço.

3. Açúcares
A presença de açúcar é detectada pela reação de caramelização deste em meio fortemente ácido.

Material:
1. Ácido Clorídrico 50% R;
2. Tubos de ensaio;
3. Pipeta graduada, capacidade 1 mL;
4. Suporte para tubos de ensaio.

Técnica:
a. Misturar em um tubo de ensaio, 1 mL de leite e 1 mL de ácido clorídrico;
b. Agitar até dissolução;
c. Deixar em banho-maria (fervente) por 2 a 3 minutos.

Resultado:
Coloração escura: (+) positivo para açúcar
(tendendo ao preto)

Pesquisa de Enzimas

A verificação da atividade enzimática é útil na avaliação do tratamento térmico sofrido pelo leite, e é investigada mediante a um substrato especifico da enzima que se quer testar em condições ideais para que ocorra a reação. A presença de coloração, ou de um indicador que apresente reação por cor com os produtos de degradação, permite identificar a atividade enzimática.

1. Fosfatase alcalina – kit comercial

A fosfatase alcalina é uma enzima presente naturalmente no leite. Em leite pasteurizado a fosfatase alcalina não deve estar presente, por não resistir ao calor da pasteurização.

Material:
1. Banho-maria a 37ºC;
2. Tubos de ensaio 13 x 100;
3. Pipeta graduada, capacidade 10 mL;
4. Pipeta graduada, capacidade 1 mL;
5. Suporte para tubos de ensaio;
6. Kit Fosfatase alcalina Diasys.

Antes do procedimento deve-se preparar o reativo de trabalho conforme as instruções do teste. Este reativo deve ser mantido sob refrigeração por um período não superior a 30 dias.
Preparo do reativo do teste Diasys: misturar 4 mL do reativo R1 com 1 mL do reativo R2. Armazenar sob refrigeração.

Técnica:
a. Pipetar para um tubo de ensaio 1 mL do reativo de trabalho e 0,1 mL (2 gotas) do leite pasteurizado;
b. Misturar e deixar em repouso por 3 minutos a 37ºC ou 6 minutos a temperatura ambiente.

Resultado:
Coloração amarelada: (+) leite cru ou mal pasteurizado

Coloração normal: leite pasteurizado

Comentários:
O leite natural, não pasteurizado, possui uma gama ampla de microrganismos. O processo de pasteurização visa prioritariamente destruir a flora patogênica eliminando a possibilidade de transmissão de doenças via leite.
Para comprovação da eficiência do processo de pasteurização, emprega-se a prova de fosfatase alcalina.
Em leite cru, a fosfatase alcalina está presente, sendo destruída pelo processo de pasteurização. A prova de fosfatase visa investigar a incidência da mesma no leite pasteurizado ou indevidamente pasteurizado.

Estando presente, a fosfatase alcalina atua produzindo uma reação com formação de cor (o que acontece em leite cru ou em leite mal pasteurizado). Não havendo a presença de fosfatase, pela eficiência da pasteurização, não haverá a formação de cor.

2. Fosfatase alcalina – com preparação dos reativos

A verificação da atividade enzimática é feita mediante a adição à amostra do substrato específico da enzima em condições ideais para sua atuação. A presença do indicador permite identificar a atividade enzimática pela reação colorimétrica com os produtos de degradação.

Material:
1. Banho-maria;
2. Pipeta graduada de 5 mL;
3. Rolha de borracha;
4. Tubo de ensaio;
5. Reagentes:

Catalisador: dissolver 0,2 g de sulfato de cobre pentahidratado p.a. em 100 mL de água.

Solução reagente: pesar 0,150 g de 2,6-dicloroquinona cloroimida p.a., dissolver em 50 mL de álcool etílico p.a., transferir para frasco âmbar e estocar em geladeira. A coloração da solução recentemente preparada é amarelo-citrina, passando a amarelo-ouro e tendendo a escurecer, adquirindo tons amarronzados com o envelhecimento.
Recomenda-se usar a solução por um período máximo de duas semanas, desde que conservada sob refrigeração e ao abrigo da luz.

Substrato: pesar 0,5 g de fenilfosfato dissódico dihidratado p.a. em um béquer, dissolver com o tampão diluído, transferir para balão volumétrico de 500 mL e completar o volume com o tampão diluído. Recomenda-se usar esta solução durante um período máximo de duas semanas.

Tampão carbonato: pesar 46,89 g de carbonato de sódio anidro p.a. e 37,17 g de bicarbonato de sódio p.a., dissolver e levar ao volume de 1000 mL (solução estoque). Retirar uma alíquota de 25 mL da solução estoque, transferir para balão volumétrico de 500 mL e completar o volume. O pH deste tampão diluído deverá situar-se entre 9,5 e 9,7.

Técnica:
a. Transferir 0,5 mL da amostra a analisar para um tubo de ensaio, adicionar 5 mL do substrato, tampar com rolha de borracha;
b. Agitar ligeiramente e levar ao banho-maria mantido a 39-41ºC durante 20 minutos.
c. Esfriar o tubo de ensaio em água corrente, adicionar 6 gotas de solução reagente e 2 gotas do catalisador.

d. Levar o tubo novamente ao banho-maria a 39 – 41ºC por 5 minutos. e. Repetir o mesmo procedimento acima descrito, usando, em lugar da amostra e em diferentes tubos, 0,5 mL de leite cru e 0,5 mL de leite fervido.

Resultado:
Positivo: coloração azul intensa – leite cru.
Negativo: coloração cinza – leite pasteurizado.

Observação: A tonalidade do azul vai ficando tanto mais intensa, quanto maior for a deficiência de pasteurização.
Os tubos de ensaio e as rolhas de borracha devem encontrar-se perfeitamente limpos e sem qualquer vestígio de detergentes, em decorrência do processo de lavagem do material.
As rolhas de borracha, em particular, deverão ser fervidas durante 5 minutos depois de lavadas, visando eliminar quaisquer resíduos de fenol eventualmente presente em detergente ou outro material de limpeza.
As provas positivas devem ser repetidas cuidadosamente, principalmente se forem usados reagentes com algum tempo de preparo.
A amostra deverá sofrer cuidadosa agitação antes de ser analisada, visando distribuir a gordura ou a camada de creme pelo líquido. A retirada de uma alíquota da amostra a partir da sua camada superior poderá levar a resultado positivo ou suspeito, ainda que o leite tenha sido adequadamente pasteurizado.
A fosfatase alcalina encontra-se adsorvida aos glóbulos de gordura.
A fosfatase alcalina poderá sofrer reativação após algum tempo de pasteurização do leite. Não é comum encontrar esse tipo de interferência, mas o analista deverá ter em conta a vida de prateleira do produto ao ser analisado, principalmente se o teste for conduzido depois de 24 horas de o leite ter sido processado.

3. Peroxidase
A pesquisa de peroxidase visa à investigação do grau de aquecimento que o leite foi submetido pela interpretação da coloração. Em outras palavras, o leite quando aquecido além da temperatura preconizada para pasteurização, não apresenta atividade da peroxidase, o que se torna uma prática não lícita.

Material:
1. Guaiacol 1% (v/v) alcoólico;
2. Peróxido de Hidrogênio 3% v/v;
3. Tubos de ensaio 20 x 200 mm;
4. Pipeta graduada, capacidade 2 mL;
4. Pipeta graduada, capacidade 10 mL;
5. Suporte para tubos de ensaio.

Técnica:
a. Misturar em um tubo de ensaio, 10 mL, aquecer em banho-maria a 45ºC por 5 minutos, para ativação da enzima. Acrescentar 2 mL da solução hidroalcoólica de guaiacol 1% SR lentamente pelas paredes;
b. Adicionar 3 gotas de peróxido de hidrogênio a 3%.

Resultado:
Coloração róseo/ salmão: (+) positivo para leite cru

Coloração anel róseo/ salmão: (+) leite pasteurizado na faixa correta

Coloração branca: leite superaquecido além da temperatura de pasteurização

Análises para creme de leite

Creme de Leite

1. Características sensoriais

a. Aspecto: cremoso;
b. Cor: branco-creme;
c. Odor: característico;
d. Sabor: característico.

2. Colheita e preparo da amostra

Material:
1. Frasco conservador de amostras (250 mL, rolha esmerilhada, boca larga, transparente ou semelhante);
2. Erlenmeyer de 250 mL;
3. Banho-maria 40 – 50ºC;
4. Termômetro escala -10 a +110ºC.

Técnica:
a. Colha amostra com técnica adequada, homogeneizando pelo tempo de 30 segundos;
b. Colher com o béquer, cerca de 100 mL;
c. Aqueça em banho-maria a 40 – 50ºC, agitando discretamente a cada 3 minutos, até que a temperatura esteja a 30 – 35ºC (utilizada em todas as análises);
d. Transfira para o frasco conservador de amostras.

Notas:
1. A acidez elevada é perceptível ao exame sensorial (olfato).
2. A cada análise a amostra deve ser homogeneizada com transvases do frasco conservador para o erlenmeyer, e vice versa.

3. Acidez titulável – método Dornic

Material:
1. Tubos de ensaio;
2. Pipeta volumétrica, capacidade de 5 mL e 20 mL;
3. Erlenmeyer de 125 mL;
4. Acedímetro de Dornic;
5. Solução Dornic (hidróxido de sódio 0,111 (N/9);
6. Fenolftaleína 1% m/v, alcoólica neutralizada SI;
7. Frasco com água destilada a 40 – 50ºC.

Técnica:
a. Transferir, para o erlenmeyer, 5 mL da amostra do creme com auxilio da pipeta volumétrica. Mantenha a pipeta a boca do frasco e com outra pipeta, passando pela primeira, junte cerca de 20 mL de água 40 – 50ºC;
b. Adicionar 3 a 5 gotas da fenolftaleína;

c. Titular com a solução Dornic, até viragem, que se reconhece pela alteração da cor branca para róseo claro e interpretar resultado.

Resultado:
Acidez Dornic (AD) = v x 2

Sendo:
V = quantidade de décimos de mL gastos de solução Dornic (leitura direta no acedimetro).
2 = fator referente a 5 mL.

Para expressar a acidez em % de ácido lático, basta dividir graus Dornic por 100.
Ex: Acidez de 30ºD
Ácido lático = 0,45%

4. Acidez titulável – IN 68
Consiste na titulação de determinada massa da amostra por uma solução alcalina de concentração conhecida, utilizando como indicador fenolftaleína.

Material:
1. Balança analítica;
2. Bastão de vidro;
3. Béquer de 150 mL;
4. Bureta de 10 mL;
5. Solução de hidróxido de sódio 0,1 N;
6. Solução alcoólica de fenolftaleína a 1% (m/v).

Técnica:
a. Pesar 10 g de amostra, adicionar 50 mL de água isenta de gás carbônico e homogeneizar;
b. Adicionar a amostra previamente preparada conforme 10 gotas de solução de fenolftaleína a 1 % e titular com a solução de hidróxido de sódio 0,1 N até aparecimento de coloração rósea persistente por aproximadamente 30 segundos.

Cálculos:
$$\% \text{ de ácido lático} = \frac{V \times f \times 0,9}{m}$$
Onde:
V = volume de solução de hidróxido de sódio 0,1 N gasto na titulação, em mL;
f = fator de correção da solução de hidróxido de sódio 0,1 N;
m = massa da amostra, em gramas.

Observação: Para expressar o resultado em graus Dornic, multiplicar a % de ácido lático por 100.

5. Gordura – método Köhler

Material:

1. Butirômetro de Köhler para creme de leite;
2. Estante para butirômetros;
3. Pipeta volumétrica de 5 mL;
4. Pipeta volumétrica de 5 mL especial para creme de leite;
5. Dosador volumétrico para ácido sulfúrico de 10 mL;
6. Dosador volumétrico para álcool isoamílico de 1 mL;
7. Centrifuga para 4 ou 8 provas;
8. Ácido sulfúrico (densidade 1,820 a 1,825 g/L);
9. Álcool isoamílico R (reagente);
10. Banho-maria regulado para 65ºC;
11. Frasco de água destilada à temperatura de 40 a 50ºC;
12. Termômetro.

Técnica:

a. Transferir diretamente para o butirômetro de Köhler 10 mL de ácido sulfúrico;
b. Adicionar lentamente, 5 mL de amostra com auxílio de uma pipeta volumétrica mantendo a pipeta na borda do butirômetro;
c. Acrescentar 5 mL de água destilada a 40 – 50ºC, com auxilio de outra pipeta, passando pela primeira;
d. Medir e adicionar 1 mL do álcool isoamílico R;
d. Limpar o gargalho com papel absorvente e vedar com rolha própria;
e. Envolva numa toalha e agite vigorosamente;
f. Centrifugar por 4 a 5 minutos a 1200/1400 rpm
g. Retire, deixe em banho-maria à 65°C por 2 - 3 minutos e faça a leitura imediatamente. Resultado direto (% de gordura).

6. Gordura – utilização de butirômetro de leite

Material:

1. Butirômetro Gerber para leite com rolhas;
2. Estante para butirômetros;
3. Pipeta graduada de 5 mL;
4. Pipeta graduada de 10 mL especial para creme de leite;
5. Dosador volumétrico para ácido sulfúrico de 10 mL;
6. Dosador volumétrico para álcool isoamílico de 1 mL;
7. Centrifuga para 4 ou 8 provas;
8. Ácido sulfúrico (densidade 1605 g/L 20ºC);
9. Álcool isoamílico (densidade 810 g/L 20ºC);
10. Banho-maria regulado para 65ºC;
11. Frasco de água destilada à temperatura de 40 a 50ºC;
12. Termômetro;
13. Bastão de vidro;
14. Balança analítica;
15. Béquer de 50 mL.

Técnica:

a. Pesar exatamente cerca de 1 g de amostra homogeneizada em um béquer de 50 mL creme de leite adicionar 10 mL da solução de ácido sulfúrico. Aquecer a + 60ºC em ambos os casos e homogeneizar com bastão de vidro.

b. Transferir cuidadosamente para butirômetro, com auxílio de bastão de vidro. Lavar o béquer 2 ou 3 vezes com 3 a 4 mL da solução de ácido sulfúrico para completar 19 mL.

c. Adicionar 1 mL de álcool isoamílico. Enxugar a boca do butirômetro com papel absorvente e fechar com rolha apropriada.

d. Agitar, invertendo várias vezes o butirômetro.

e. Levar ao banho-maria a 65ºC por 15 minutos.

f. Centrifugar por 15 minutos a 1200 rpm.

g. Repetir as operações de banho-maria e centrifugação mais 2 vezes e fazer a leitura na escala do butirômetro.

Resultado:

$$\% \text{ de gordura} = \frac{L \times 11{,}33}{m}$$

Onde:

L = leitura no butirômetro;

11,33 = massa em gramas do leite se utilizarmos o método de Rose-Gottlieb;

m = massa da amostra, em gramas.

Preparo da solução do ácido sulfúrico:

Solução de ácido sulfúrico densidade de 1,605 a 20ºC: adicionar 630 mL de ácido sulfúrico p.a. com densidade de 1,840 sobre 460 mL de água, lenta e cuidadosamente, em banho de gelo. Esfriar até temperatura de 20ºC e conferir a densidade com o densímetro especifico.

Álcool isoamílico densidade de 0,81 a 20ºC.

Análises de Salmoura

A salmoura consiste na submersão dos queijos em uma solução de água e sal normalmente com concentração de 20% m/v (massa/ volume).
O sal (NaCl) exerce uma influência preponderante nos fenômenos físicos-químicos, bioquímicos e microbiológicos que ocorre durante a maturação do queijo.
Quando o teor de sal não é adequadamente controlado, diversos problemas podem ocorrer no decorrer da maturação.

Ficha técnica da salmoura:

Parâmetro	Padrão
Quantidade por quilo de queijo	2 a 3 litros
Concentração	21 – 22ºB/ 20 – 21% de sal
Temperatura	10 a 12ºC
Acidez mínima	20ºD
Acidez máxima	45ºD
pH	5,00 a 5,20
Coliformes ufc/ml (30ºC)	menor que 100
Contagem global ufc/ml	menor que 100.000
Mofo e levedura ufc/ml	menor que 200

As trocas durante a salga:
Durante o período em que o queijo permanece na salmoura, ocorre troca de elementos entre ambos, o resultado final é a absorção de sal pelo queijo e enriquecimento da salmoura com compostos orgânicos e minerais, bem como a diluição de seu teor de sal.

Como resultado dessa trocas, ao final de um período razoável de uso a salmoura tende a:
Diminuir sua concentração de sal;
Aumentar conteúdo de matéria orgânica e mineral;
Diminuir sua densidade, que não é proporcional a diminuição do seu teor de sal;
Aumentar a acidez titulável;
Estabilizar numa faixa de pH;
Aumentar a carga bacteriana;
Diminuir a capacidade de salgar o queijo (se o sal não for corrigido);
Aumentar os depósitos em decantação.

Temperatura da salmoura:
A temperatura ideal para salga de queijos é de 10 a 12 ºC.
Temperatura elevada aumenta a rapidez na absorção de sal e um aumento na perda de umidade.
Temperatura baixa (abaixo de 7ºC), a salga ocorre muito lentamente, o queijo fica excessivamente duro e podendo trincar.

1. Amostragem

Para coleta de amostra são recomendados agitadores com área suficiente para produzir uma turbulência adequada na salmoura.

Após misturar a salmoura, pode-se empregar um recipiente coletor com alça.

Os frascos para acondicionamento devem ser preenchidos completamente com volume adequado de amostra, permitindo mistura antes da análise.

As amostras devem ser acompanhadas por uma ficha assinada pelo responsável, contendo as seguintes informações:

. Local, data e hora da coleta;

. Código de identificação;

. Local de destino da amostra.

2. Análise de cloreto de sódio

A determinação da densidade é feita em função do principio de Arquimedes: “Todo corpo mergulhado em um fluido recebe um empuxo vertical, de baixo para cima, igual à massa do fluido deslocado, pelo corpo”.

Assim, a imersão do densímetro de massa constante no líquido, provocará deslocamento de uma quantidade deste, que será em massa, igual ao densímetro utilizado, e em volume proporcional à densidade da amostra. Esse deslocamento fará o liquido alcançar um valor na escala, graduada em graus Baumé.

Material:

1. Proveta capacidade de 250 mL;
2. Funil de vidro;
3. Aerômetro de Baumé;
4. Termômetro com escala -10+110ºC, intervalo de 1ºC;
5. Suporte para funil;
6. Algodão hidrófilo.

Técnica:

a. Transferir para uma proveta de 250 mL, aproximadamente 250 mL de salmoura filtrada em algodão, exatamente a 20ºC;

b. Introduzir cuidadosamente o aerômetro de Baumé;

c. Após a estabilização, anotar a leitura em graus Baumé.

Resultado:

Calcular o percentual (m/v) de cloreto de sódio dividindo a leitura em ºBé (graus Baumé) por 0,9.

Concentração de sal da salmoura:

A concentração de sal influi notadamente na qualidade final do queijo regulando a quantidade de sal que este pode absorver.

Quanto maior o teor de sal na salmoura, mais rápido é a absorção de sal pelo queijo, não linearmente. Dobrando-se a concentração de sal na salmoura não implica que o queijo vai absorver sal duas vezes mais rápido.

A concentração de sal ideal é de 20% medida da % de sal na salmoura.
Salmoura nova: Utiliza-se o Aerômetro de Baumé para graduação da concentração de salmoura.

Tabela correspondente para o Aerômetro de Baumé.

Graduação no Aerômetro	Densidade a temperatura de 20º C	% de sal equivalente
1	1,007	2
2	1,014	3
3	1,022	4
4	1,029	5
5	1,036	6
6	1,044	7
7	1,052	8
8	1,060	9
9	1,067	10
10	1,75	11
11	1,83	12
12	1,091	13
13	1,100	14
14	1,108	15
15	1,116	16
16	1,125	18
17	1,134	19
18	1,143	20
19	1,152	21
20	1,163	22
21	1,171	23
22	1,180	24
23	1,190	25
24	1,199	26
25	1,209	27

A densidade Baumé também pode ser dada pela aplicação da seguinte fórmula:

$D = \frac{144}{144 - n}$ onde: n = leitura em graus Baumé apresentada pela solução

Ex: Qual a densidade de uma solução que ao ser analisada com o aerômetro de Baumé, forneceu uma leitura de 12ºBé?

D = 144/ 144 – n = 144/ 144 – 12 = 1,0909 g/ml

3. pH
Como regra geral o pH da salmoura deve ser ajustado ao pH do queijo, ou seja na faixa de 5,0 – 5,3 e acidez Dornic em torno de 15 a 30ºD.

✓ pH baixo (acidez elevada): aproxima-se do ponto isoelétrico da caseína (pH 4,6) esta precipta-se na casca aumentando a perda de água pelo queijo, ao mesmo tempo em que é reduzida a velocidade de absorção pelo sal.

✓ pH alto da salmoura (acidez baixa): pode favorecer a putrefação da salmoura e retardar a salga, pois a saída de soro do queijo para a salmoura é maior.

Material:
1. pHmetro portátil ou de bancada;
2. Termômetro de mercúrio -10 a +110ºC;
3. Algodão hidrófilo;
4. Becker plástico de 100 mL;
5. Pisseta de 500 mL;
6. Papel absorvente;
7. Suporte para funil e funil de vidro;
8. Eletrodo para liquidos (para medição de leite e água);
9. Água destilada;
10. Solução tampão pH 7,00;
11. Solução tampão pH 4,00;
12. KCL (cloreto de potássio) 3M.

Técnica:
a. Após ligar o aparelho, estabilizá-lo e seguir as instruções de calibração no manual do aparelho;
b. Transferir para um béquer de 100 mL, aproximadamente 50 ml de salmoura filtrada em algodão, a 25ºC;
c. Inserir o bulbo do eletrodo de medição na amostra;
d. Acionar para leitura de pH do aparelho;
e. Deixar estabilizar e fazer a leitura.

Resultado:
É expresso em unidades de pH com duas casas decimais.

4. Acidez Dornic
Material:
1. Funil de vidro e suporte;
2. Pipeta volumétrica, capacidade de 10 mL;
3. Erlenmeyer de 125 mL;
4. Acedímetro de Dornic;
5. Solução Dornic (Hidróxido de Sódio 0,111 (N/9);
6. Fenolftaleína 1% m/v, alcoólica neutralizada SI.
7. Algodão hidrófilo.

Técnica:
a. Transferir, para o erlenmeyer de 125 ml, 10 mL de salmoura filtrada em algodão (temperatura de 20 a 25ºC) com auxilio da pipeta volumétrica;
b. Adicionar 3 a 5 gotas da fenolftaleína;
c. Titular com a solução Dornic, até viragem, que se reconhece pela alteração da cor branca para rósea claro e interpretar resultado (correspondente ao pH de 8,3) e anotar o volume gasto.

Resultado:
Cada 0,1 ml de solução Dornic gasto na titulação corresponde a 1ºD. Cada 1ºD corresponde a 0,01% (m/v) ou 0,1 g/ litro de ácido lático.

Como preparar salmoura:
1. Após o cálculo da quantidade de sal e água, deve-se pesar o sal e adicionar no tanque de preparo.
2. Completar o volume com água e aquecer até 90 – 95ºC.
3. Deixar em repouso até o dia seguinte.
4. No dia seguinte transferir para o tanque de salmoura eliminando-se as sujidades depositadas no fundo do tanque.
5. Analisar o teor de sal, medir o pH e fazer correções se necessário.
6. Adicionar 50 mL de cloreto de cálcio para cada 100 litros de salmoura (somente para salmoura nova).

Conservação da salmoura:
1. Eliminar diariamente materiais orgânicos como pedaços de queijos.
2. Medir semanalmente o pH e a acidez Dornic.
3. Analisar o teor de sal a cada 3 dias.

Recuperação da salmoura:
1. Transferir a salmoura para o tanque e verificar o teor de sal, pH, acidez. Aquecer até atingir a temperatura de 95ºC.
2. Deixar em repouso até o dia seguinte.
3. Proceder às correções necessárias.

Água de abastecimento

O controle da água industrial (água utilizada em todas as operações da indústria) constitui um ponto de controle de estimada relevância, uma vez que contaminações oriundas dos processos de captação, armazenagem e distribuição podem atingir diretamente o consumidor via produto contaminado.

O agente sanitizante comumente utilizado pela indústria de laticínios no controle de água de abastecimento é o cloro, sob a forma de ácido hipocloroso (HClO), o qual é resultado da reação dos agentes clorados com a água.

A verificação e controle da água de abastecimento constituem um procedimento de rotina a ser executado diariamente pela análise de determinação do cloro livre (ppm de cloro ativo) e controle de pH, em pontos mapeados e previamente definidos na indústria.

A verificação deve ser feita no decorrer da rotina e deve contemplar os pontos definidos pelo cronograma da empresa em horários alternados.

Torna-se imperativo a recloração da água quando constados níveis de cloro residual livre, abaixo dos padrões determinados pelas normas vigentes. O resultado de não-conformidade deve desencadear ações para regularização do evento, imediatamente, uma vez que a água é um ponto crítico de grande relevância em uma indústria de laticínios.

Padrões legislativos de potabilidade da água – Portaria 36 de 19 de Janeiro de 1990, Ministério da Saúde – Resolução conjunta SS/MA nº 1 de 26 de Agosto de 1997.

PARÂMETRO	LIMITES
Tubidez	5 mg/L
Odor	Ausência
Cor	20 Pt/L – Hazen
pH	6,5 – 8,5
Dureza total	200 mg/L
Acidez total	5 – 20 mg/L
Alcalinidade total	10 – 50 mg/L
Alcalinidade cáustica	Ausência
Oxigênio consumido	2 mg/L
Nitritos	Ausência
Cloretos	250 mg/L
Cloro residual	0,2 (conc. mínima)
Fluoretos	1 mg/L
Silicatos	Ausência
Sulfatos	250 mg/L
Sólidos totais	1000 mg/L
Cobre	3 mg/L
Chumbo	0,1 mg/L
Ferro	0,3 mg/L
Manganês	0,1 mg/L
Zinco	5 mg/L
Fenóis	0,001 mg/L
Contagem de aeróbios mesófilos	100 mg/ L
Coliformes totais (NMP)	Ausência

1. Características sensoriais

As características sensoriais são utilizadas para identificação inicial e avaliação preliminar da integridade da água, sendo subjetivas e por isso não podem ser utilizadas isoladamente.
O termo cor inclui não apenas as substâncias na solução, mas também materiais em suspensão. A cor aparente é determinada na amostra original sem filtração ou centrifugação.

Técnica:
Cor:
Transferir cerca de 5 mL da amostra homogeneizada para um tubo de ensaio e observar a aparência, a cor e a limpidez.

Odor:
Verificar o odor agitando o tubo sob o nariz.
O resultado do teste do odor depende da capacidade sensorial humana. Águas para processos industriais necessitam serem livres de odor e de sabor.
O resultado deve ser não-objetável, ou seja, aceito.

2. pH

O pH é expresso por um número que varia de 0 a 14, sendo neutro o pH igual a 7,0; pH inferior a 7,0 indica que a água é ácida; pH superior a 7,0 indica que a água é básica.
A maioria dos produtos clorados, por meio dos subprodutos gerados nas reações químicas com a água, altera consideravelmente o pH. Essa desvantagem pode ser minimizada pelo constante monitoramento do pH e mantendo-se a alcalinidade dentro dos padrões.
O cloro possui sua ação santizante fortemente influenciada pelo pH. A constante de monitoramento e a adequação entre 6,00 e 9,50 eliminam qualquer problema de sanitização relacionado ao pH.
O cloro age como sanitizante quando destrói microrganismos transmissores de doenças (bactérias, fungos e vírus, em sob a denominação de bacteriófagos na indústria queijeira), assim como microrganismos não nocivos ao ser humano. Quando oxida completamente as matérias orgânicas, age como oxidante e quando reage com produtos nitrogenados age como oxidante parcial, produzindo cloraminas (o que acontece em águas de piscinas).
Do ponto de vista da sanitização, quanto menor o pH, mais eficiente será o cloro. Porém para se evitar ou diminuir a corrosão nos equipamentos e a nocividade ao ser humano, o pH ideal deve estar compreendido entre 7,20 a 7,40.

- Hipoclorito de Sódio

Também conhecido como cloro líquido, apresenta cor clara, ligeiramente amarelada. Apresenta a porcentagem em peso de cloro ativo de 9 a 13% (comercialmente denominados de 10 a 15%, respectivamente) e pH de 13.

Reação química com a água:
hipoclorito de sódio + água ⇨ hidróxido de sódio + ácido hipocloroso

- Hipoclorito de Cálcio

Denominado de cloro granulado, sólido ou seco, apresenta grânulos de cor branca. Apresenta a porcentagem em peso de cloro ativo de 65 a 70% pH de 11 em solução a 1%.

Reação química com a água:
hipoclorito de cálcio + água ⇨ hidróxido de cálcio + ácido hipocloroso

Material para medição do pH:
1. pHmetro portátil ou de bancada;
2. Termômetro de mercúrio -10 a +110ºC;
3. Becker plástico de 100 ml;
4. Pisseta de 500 ml;
5. Papel absorvente;
6. Suporte para funil e funil de vidro;
7. Eletrodo para liquidos (para medição de leite e água);
8. Água destilada;
9. Solução tampão pH 7,00;
10. Solução tampão pH 4,00;
11. KCL (cloreto de potássio) 3M.

Técnica:
a. Após ligar o aparelho, estabilizá-lo e seguir as instruções de calibração no manual do aparelho;
b. Transferir para um béquer de 100 mL, aproximadamente 50 mL de água a 25ºC;
c. Inserir o bulbo do eletrodo de medição na amostra;
d. Acionar para leitura de pH do aparelho;
e. Deixar estabilizar e fazer a leitura.

Resultado:
É expresso em unidades de pH com duas casas decimais.

3. Teor sanitizante – ppm de cloro residual

A eficiência da capacidade sanitizante dos agentes clorados esta intimamente relacionada com seu excelente efeito residual, ou seja, um bom sanitizante deve estar presente em concentrações mínimas, mesmo em condições adversas. As dosagens utilizadas não devem ocasionar problemas à saúde do ser humano.
Um método simples e prático para medição da dosagem do teor residual de cloro é o método colorimétrico, denominado OTO, onde é usada a ortotolidina, solução orgânica clara que na presença de cloro, passa a apresentar a cor amarela-limão.
Em concentrações maiores, a cor deriva para um laranja profundo, podendo chegar ao vermelho.

Material:
1. KIT para análise cloro e reagentes.
2. Copo para coleta

Técnica:

a. Enxágue a célula comparadora na própria água, antes e depois de cada uso;
b. Despreze a água que exceder os níveis marcados nos tubos;
c. No tubo do lado direito, correspondente ao pH, adicione 4 gotas do REAGENTE pH;
d. No tubo do lado esquerdo, correspondente ao cloro, adicione 4 gotas do REAGENTE CLORO;
e. Coloque as tampas, agite para igualar as cores formadas e compare-as com os padrões ao seu lado.

Referência resultados:
Cloro: 0,5 a 1,0 ppm

Análise de soro

A análise do soro no decorrer da fabricação de queijos segue o mesmo principio adotado na análise de leite para pH, acidez, densidade e gordura. Os resultados obtidos nos fornecem informações importantes sobre a evolução do fermento lático, assim como ganhos ou perdas as quais estão intimamente relacionadas com o sucesso da fabricação.
A coleta da amostra deve ser implementada nos seguintes momentos da fabricação:
1. Soro no corte;
2. Soro no ponto;
3. Soro do queijo no momento da prensagem (conforme o queijo elaborado).

1. Seleção de soro
Características sensoriais
a. Aspecto: líquido;
b. Cor: característica, tonalidade amarelada, não leitosa;
c. Odor: característico;
d. Sabor: característico;
e. Momentos da coleta: soro do corte e soro do ponto.

2. Amostragem de soro
1. Frasco conservador de amostras (250 ml, rolha esmerilhada, boca larga, transparente ou semelhante);
2. Béquer de 300 – 500 ml;
3. Banho-maria 40 – 50ºC;
4. Termômetro escala -10 a +110ºC.
As coletas devem ser implementadas nas fases citadas, corte, ponto e prensa conforme a situação e o produto em questão. Por exemplo, é interessante a determinação do pH da massa para queijo Parmesão no momento da prensagem.

3. Análise de acidez pelo método Dornic
O teste de acidez pelo método Dornic visa à determinação quantitativa da acidez do leite e soro, com utilização do reagente de Dornic com indicador fenolftaleína.

Material:
1. Pipeta volumétrica, capacidade de 10 mL;
2. Erlenmeyer de 125 mL;
3. Acedímetro de Dornic;
4. Solução Dornic (Hidróxido de Sódio 0,111 (N/9);
5. Fenolftaleína 1% m/v, alcoólica neutralizada SI.

Técnica:
a. Transferir, para o erlenmeyer, 10 mL de soro com auxilio da pipeta volumétrica;
b. Adicionar 3 a 5 gotas da fenolftaleína;
c. Titular com a solução Dornic, até viragem, que se reconhece pela alteração da cor para rósea clara e interpretar resultado.

Resultado:
Cada 0,1 mL de solução Dornic gasto na titulação corresponde a 1ºD. Cada 1ºD corresponde a 0,01% (m/v) ou 0,1 g/ litro de ácido lático.

Ex: 11º D (graus Dornic) corresponde a 1,1 gramas de ácido lático por litro de soro.

Comentários:
a) Acidez do soro no corte da massa: via de regra a acidez do soro no momento do corte, deve representar cerca de ⅔ da acidez original do leite. Portanto o soro deve possuir acidez máxima de 13ºD no momento do corte da massa, salvo algumas exceções.
Para elaboração de ricota, bebida láctea ou outras utilizações esta acidez deve ser a máxima permitida, pois valores superiores a 13ºD, incorrem na perda da estabilidade térmica, inviabilizando sua utilização.

b) Acidez do ponto: a acidez do ponto representa um indicativo do grau da evolução da fermentação lática no decorrer do processo de fabricação, portanto para alguns casos deve ser superior a acidez do corte. Por exemplo, na elaboração do queijo Parmesão a acidez do ponto deve ser superior a acidez do corte em até 2ºD (dependendo da flora lática utilizada).
Outros casos:
Queijos de massa lavada: a acidez do ponto é inferior a acidez do corte, pela retirada e lavagem da massa com água.
Queijos com fermentação lática (cottage): a acidez do corte é elevada (45 a 48ºD).
Massa de requeijão: a acidez final (depois da lavagem e prensagem da massa) deve ser máxima de 3ºD ou nula.
Massa de mussarela fermentada: acidez de 60 a 65ºD.
Utilização de leite ácido para fabricação de queijos: a acidez do corte pode ultrapassar 13ºD.

c) Acidez na prensa: representa um parâmetro a ser determinado para alguns tipos de queijos, os quais no momento da prensagem deve apresentar determinado nível de pH na massa, o que representa a evolução satisfatória do fermento lático. Quantificando o soro residual da massa podemos relacioná-lo a um determinado pH e por conseguinte verificar a evolução da fermentação lática pela simples medição da acidez do soro.

4. Densidade

A medição da densidade do soro é importante no processo de avaliação de possíveis perdas originadas por um insatisfatório processo de coagulação, corte, mexedura, etc. Em outras palavras, quanto mais próxima à densidade do soro for a do leite, maior o nível de perdas de constituintes que deveriam estar retidos na massa.
A densidade do soro, deve estar abaixo da densidade mínima do leite (1028 g/L a 15ºC). Valores próximos à densidade do leite, representam maiores perdas de constituintes como proteínas e gordura.
Densidade lida ideal para soro: 1023 a 1024 g/L.

Material:
1. Proveta graduada de 250 mL;
2. Termolactodensímetro.

Técnica:
a. Transferir cerca de 250 mL do soro para proveta, lentamente, evitando formação de espuma (preferencialmente a temperatura de 15ºC);
b. Introduza cuidadosamente o termolactodensímetro (girando-o para romper a tensão superficial);
c. Depois de sua estabilização anote o resultado da temperatura (T) e densidade (Dt) lida.

Correção:
A análise de Densidade deve ser feita preferencialmente com o soro regulado para a temperatura de 15ºC, bastando fazer a leitura direta no termolactodensimetro.
A densidade deverá ser convertida com auxilio da tabela, quando se proceder à análise com temperaturas diferentes de 15ºC.

Tabela:
Temperatura: primeira coluna horizontal;
Densidade: primeira coluna vertical.

5. Gordura
É um dos mais importantes componentes do leite, afetando diretamente rendimento econômico, sabor, aroma, textura e consistência do queijo.
A medição do teor de gordura do soro, conjuntamente com a avaliação da densidade permite diagnosticar a perda ou retenção deste constituinte na massa, traduzidos pelo ganho econômico final.
A literatura cita a perda máxima de 0,5% de gordura no soro, número atualmente elevado e que está diretamente associado ao processo de coagulação (tipo de coagulante empregado, diluição do coagulante, temperatura de coagulação, distribuição do coagulante no tanque, momento ideal para corte e metodologia de corte). Como exemplo prático podemos citar que um coagulante a base de quimosina “pura” permite uma melhor retenção de constituintes do leite na massa (menor perda de gordura) quando comparado com um coalho de origem animal.

Material:
1. Butirômetro de Gerber para leite desnatado;
2. Estante para butirômetros;
3. Pipeta volumétrica de 11 mL;
4. Dosador volumétrico para ácido sulfúrico de 10 mL;
5. Dosador volumétrico para álcool isoamílico de 1 mL;
6. Centrifuga para 4 ou 8 provas;
7. Ácido sulfúrico (dens 1,820 a 1,825/ 15ºC);
8. Álcool isoamílico R (dens. 0,810/ 15ºC).

Técnica:
a. Transferir diretamente para o butirômetro de Gerber 10 mL de ácido sulfúrico;
b. Adicionar lentamente, 11 mL de amostra com auxílio de uma pipeta volumétrica, inclinando a pipeta e deixando fluir pelas paredes internas do butirômetro,

evitando a “queima do soro” ao entrar em contato com o ácido (o que irá dificultar a leitura);
c. Acrescentar 1 mL do álcool isoamílico;
d. Limpar o gargalho com papel absorvente e vedar com rolha própria;
e. Envolver numa toalha umedecida, colocando o bulbo maior na palma da mão de forma tal que o dedo polegar exerça pressão sobre a tampa, impedindo sua projeção e agitar até completa dissolução do coágulo, invertendo algumas vezes com cuidado;
f. Colocar os butirômetros na centrifuga, balanceando o lado oposto com outro butirômetro (o qual pode ser fazer simultaneamente outra determinação) ou utilizar um butirômetro carregado com água. Centrifugar por 4 a 5 minutos a 1200 rpm;
g. Retire, deixe em banho-maria a 65°C por 2 - 3 minutos e faça a leitura imediatamente pela coluna transparente de gordura separada. Resultado direto (% de gordura).

Comentários:
A amostragem correta do soro para análise de gordura é de grande importância na determinação do resultado final devendo ser representativa e cuidadosamente aplicada.
Gordura prevista: 0,1 a 0,5% (vide comentários iniciais).

6. Medição do pH

A metodologia de medição do pH do soro é a mesma utilizada para leite e seu objetivo é equivalente ao método Dornic para acidez. Sua leitura permite portanto o acompanhamento do grau e estágio de fermentação do soro, necessário ou não conforme o tipo de produto elaborado.

Material:
1. pHmetro portátil ou de bancada;
2. Termômetro de mercúrio -10 a +110ºC;
3. Becker plástico de 50 mL;
4. Becker plástico de 100 mL;
5. Pisseta de 500 mL;
6. Papel absorvente;
7. Eletrodo para sólidos (para medição de queijos);
8. Eletrodo para líquidos (para medição de leite e água);
9. Água destilada;
10. Solução tampão pH 7,00;
11. Solução tampão pH 4,00;
12. KCL (cloreto de potássio) 3M.

Técnica:
Após ligar o aparelho, estabilizá-lo e seguir as instruções de calibração no manual do aparelho.
Uma vez calibrado, enxaguar o eletrodo com água destilada e secar com papel absorvente de cima para baixo, bem levemente com as mãos. As amostras deverão estar a 20 ou 25ºC de temperatura (vide instruções no aparelho).

Alguns aparelhos possuem o eletrodo para medição da temperatura, permitindo desta forma a conversão automática leitura lida/ temperatura da amostra.

Resultado:
É expresso em unidades de pH com duas casas decimais. Em pH 7,00 é neutro, acima alcalino e abaixo o meio é ácido.

Soro no corte: 6,6 a 6,7
Queijo no dia seguinte: 5,00 a 5,20

Limpeza do material de laboratório

Os procedimentos corretos de um bom laboratório exigem vidraria limpa pois qualquer trabalho, por mais cuidadoso que seja executado, resultará em erros ao utilizar vidraria suja.
Em todos os casos a vidraria deve estar fisicamente limpa, na maioria dos casos deve estar quimicamente limpa e, em muitos casos, deve estar bacteriologicamente limpa e esterilizada.
Toda vidraria deve estar absolutamente livre de gorduras. O critério mais seguro de limpeza é a lavagem uniforme das superfícies com água destilada. Isto é especialmente importante em vidraria utilizada para medidas de volumes de líquidos.
Gordura ou outro tipo de material contaminante evitam que as paredes do vidro fiquem uniformemente molhadas. Isto por sua vez, altera o volume residual afetando volume quantificado.
Ao utilizar pipetas e buretas o menisco sofrerá distorções com falhas nos ajustes.
A presença de pequena quantidade de limpeza de impurezas pode também alterar o menisco.

Limpeza

1. Lave a vidraria imediatamente após o uso. Se uma lavagem completa não for possível, coloque-a de molho em água.
Caso isso não seja feito, a remoção dos resíduos poderá se tornar trabalhosa e em alguns casos impossível.

2. A maioria dos materiais de vidro novos é levemente alcalina durante a reação. Para experiências químicas de precisão, materiais de vidros novos devem ser colocados de molho por algumas horas em solução ácida (solução 1% hidroclórica ou nítrica) antes de serem lavados.

3. Os materiais de vidro contaminados com material patogênico e meio de cultura (placas de petri), devem ser esterilizados antes da lavagem, colocando-os em uma vasilha grande, com água, a qual tenham sido adicionados na dosagem de 1 a 2% de sabão detergente, deixando ferver por 30 minutos. Os materiais de vidro podem então ser enxaguados com água corrente, esfregados com detergente e enxaguados novamente.

4. Laboratórios maiores podem preferir autoclavar materiais de vidro ou esterilizá-los em estufas a vapor ou equipamentos similares. Se uma virose ou colônia de microorganismos estiver presente, a autoclavagem será absolutamente necessária.
5. Se o material de vidro ficar indevidamente embaçado, sujo ou contiver material orgânico coagulado, ele deve ser lavado em solução de limpeza com ácido crômico.
O dicromato deve ser manuseado com extrema precaução por ser um agente corrosivo muito poderoso.

Solução de limpeza com ácido crômico:
Use dicromato de sódio ou potássio em pó, comercial ou PA. Se o composto estiver na forma de cristais, amassar com bastão até se tornar um pó bem fino. Para 20 gramas de pó em um griffin de 1 litro, adicione um pouco de água, suficiente para formar uma pasta grossa. Lentamente, adicione 300ml de concentrado comercial de ácido sulfúrico, agitando bem. Transfira o conteúdo para um recipiente de vidro com tampa.
Use a solução sobrenadante clara.
A solução de ácido crônico pode ser usada repetidamente até se tornar de cor esverdeada.

Material de descarte:
Resíduos de limpeza com ácido crômico e outros resíduos agressivos como resíduos de análises de gordura, devem ser diluídos em grandes volumes de água ou neutralizados com solução de hidróxido de sódio.
A solução de ácido crônico é fortemente ácida e provoca queimaduras violentas na pele. Cuidado ao manuseá-la.

6. Quando for necessário usar a solução de ácido crômico, o produto pode ser limpo deve ser enxaguado com uma solução ou preenchido com a mesma e deixá-la atuar.

7. Alguns tipos especiais de precipitado exigem remoção com ácido nítrico, água régia (1 + 3 ácido nítrico – ácido clorídrico) ou ácido sulfúrico fumegante.
Estas são substâncias muito corrosivas e devem ser usadas somente quando estritamente necessário.

8. Ao lavar o recipiente pode-se usar sabão, detergente, ou pó de limpeza (com ou sem abrasivo). Detergentes comerciais para vidros podem ser Odd, Minerva, Limpol, Rid. A água deve estar quente. Para recipientes excepcionalmente sujos, pode-se utilizar pó de limpeza com uma leve ação abrasiva, dará resultados mais satisfatórios. O abrasivo não deve riscar o vidro. Durante a lavagem, todas as partes do vidro devem ser esfregadas com uma escova. Isto significa que um jogo completo de escovas deve estar sempre à mão: escovas que sirvam em tubos de ensaio, buretas, funis, frascos graduados.
Vidros riscados são mais propensos a quebrar durante o uso. Qualquer marca na superfície uniforme do vidro é um ponto de quebra em potencial, especialmente nos casos de aquecimento do mesmo.
Não permita que ácidos entrem em contato com recipientes recém lavados antes de enxaguá-los muito bem e se certificar que o sabão (ou detergente) foi completamente removido. Se isso acontecer, uma camada de graxa poderá se formar.

9. A melhor maneira de remover gordura é ferver com uma solução fraca de carbonato de sódio.
Soluções alcalinas fortes não podem ser usadas.

Lembre-se sempre que é muito importante remover toda e qualquer solução na limpeza.

Enxaguamento
1. A remoção de todo e qualquer resíduo de sabão, detergente, ou outros materiais de limpeza faz-se absolutamente necessária antes da utilização dos materiais de vidro. Isto é particularmente importante com detergentes, pois leves traços dos mesmos interferirão em algumas reações.

2. Depois de lavar, enxágüe os materiais de vidro com água corrente. Quando tubos de ensaio, frascos graduados e similares forem enxaguados com água corrente deixe-a correr por fora e por dentro por um determinado período de tempo. A seguir encha parcialmente os frascos com água, agite bem e esvazie por pelo menos 6 vezes. Para melhor enxaguar pipetas e buretas, coloque uma mangueira de borracha na torneira e adapte a outra extremidade da mangueira na saída das pipetas e buretas, fazenda a água correr através delas.
Se a água da torneira for “muito dura”, é melhor fazê-la passar por um desmineralizador antes de usá-la.

3. Enxágüe a vidraria numa grande vasilha com água destilada para em seguida enxaguá-la com um filete também de água destilada proveniente de um garrafão de 20 litros, sabre uma prateleira, ao qual se adapta uma mangueira.
Recomenda-se isto no lugar de se enxaguar diretamente em torneira de água destilada, para se reduzir pedras de mesma.

4. Para ensaios microbiológicos, onde os testes são extremamente sensíveis, uma lavagem meticulosa deve ser efetuada.

Manuseio e armazenamento
1. Quando lavar ou enxaguar pipetas, provetas ou buretas tenha cuidado para não deixar a ponta bater na pia ou na torneira. A maioria das quebras ocorre por esta razão.

2. Secar os tubos de ensaios, frascos e outros materiais, mantendo-os suspensos através de ganchos ou colocando-os sobre cestos com a boca para baixo e deixando-os secar ao ar ou ainda colocando-os em cestos para secarem estufa (*).
A temperatura de secagem não deve exceder a 40°C. Antes de se colocar o material de vidro no cesto, cubra a base deste com uma folha de papel toalha absorvente, limpa e dobrada. Isso evitará que resíduos de sujeira fiquem na boca dos tubos.

3. Secar as buretas, pipetas e provetas deixando-as em pé sobre um papel toalha dobrada. Proteja o material de vidro limpo contra poeira. A melhor maneira de fazer isto é tapá-lo com um chumaço de algodão, rolha de cortiça, colocando um

pedaço de papel grosso ao redor da tampa ou colocando o material em um armário á prova de poeira.

4. Quando for armazenar as peças, coloque-as em suportes desenhados especialmente para elas. Assegure-se de que as peças não se toquem, para evitar choques mecânicos.

5. Não armazene soluções alcalinas em frascos volumétricos ou buretas. Tampos e torneiras podem emperrar.

Limpeza de pipetas:
1. Coloque as pipetas, pontas para baixo, em uma cuba ou jarra alta imediatamente após o uso. Não jogue na cuba ou na jarra para não lascar ou quebrar as bordas tornando-as imprópria para medidas precisas. Uma almofada de algodão ou lã de vidro colocada na base da jarra evitará a quebra das bordas. Certifique-se de que o nível de água é
suficiente para imergir uma boa parte ou toda a pipeta. Na hora conveniente, as pipetas poderão então ser drenadas e colocadas em uma jarra contendo detergente dissolvido ou, no caso de estarem excepcionalmente sujas em uma jarra com solução de limpeza de ácido crônico. Depois de deixar de molho por várias horas ou durante a noite, drene as pipetas e faça correr água de torneira através delas até que todos os traços de sujeira sejam removidos. Coloque de molho em água destilada pelo menos 1 hora. Retire da água destilada, enxágüe, seque as partes externas com papel toalha, agite para retirar resíduos das paredes e seque.
2. Em laboratórios onde um grande número de pipetas é usado diretamente, seria conveniente utilizar uma lavadora automática de pipetas.
Cestos e jarras de polietileno podem ser utilizados para enxaguar pipetas ou colocá-las de molho em solução de limpeza de ácido crômico.

3. Depois da secagem, coloque as pipetas em gavetas à prova de poeira. Embrulhe pipetas bacteriológicas em papel ou coloque-as em estojos e utilize esterilizador a ar seco à temperatura de 160°C, por 2 horas.
Pipetas utilizadas para transferir material patogênico devem conter um chumaço de algodão na extremidade da boca antes de esterilizar. Isso evitará que o material a ser medido seja incidentalmente aspirado para dentro da boca.

Limpeza de buretas:
1. Remova a torneira ou ponteira de borracha e lave a bureta com detergente e água.
2. Enxágüe com água corrente até que a sujeira seja removida. Enxágüe então com água destilada e seque.
3. Lave a torneira ou ponteira da borracha separadamente. Antes de colocar a torneira de volta na bureta, lubrifique a junta com um lubrificante apropriado. Use somente uma pequena quantidade de lubrificante.
4. Buretas devem estar cobertas quando fora do uso.

Limpeza de tubos de ensaio (usados em microbiologia):
1. Tubos de ensaio já usados (material microbiológico) devem ser esterilizados antes da limpeza. O melhor método geral para esterilizar culturas é autoclavar a 121°C por 30 minutos (pressão de 15 libras/ pol²). Veículos que se solidificam por resfriamento devem ser retirados enquanto os tubos estiverem quentes. Depois que os tubos forem esvaziados, escove-os com detergente e água, enxágüe bem com água corrente primeira e em seguida com água destilada, colocando-os em um cesto para secagem.

2. Se os tubos forem utilizados com veículos que são esterilizados por autoclavagem, não os tampe até que os veículos sejam adicionados. Os veículos e os tubos são estão autoclavados juntos.

3. Se os tubos forem ser utilizados com um veiculo estéril e se eles precisarem ser esterilizados por fracionamento ou outros métodos, tampe e esterilize os tubos dentro da autoclave ou esterilize-os por ar seco antes de adicionar o veiculo.

Vidrarias

Béquer - é um recipiente de boca larga, paredes laterais retas, que têm um bico para derramarem líquidos. São úteis na estimativa de volume de soluções, na mistura de soluções ou aquecimento com o auxílio de tela de amianto. Não serve para fazer medições exatas e sim volumes aproximados.

Erlenmeyer - tem fundo chato e lados inclinados que gradualmente se aproximam no diâmetro, de modo que a abertura do topo é semelhante a uma garrafa. É usado para conter líquidos, misturar soluções ou medir volumes não exatos.

Balão volumétrico - É um frasco em forma de pêra, usado para fazer medições exatas. Os balões volumétricos são fabricados de acordo com padrões rígidos para conter exatamente um certo volume a uma certa temperatura.

Tubos de ensaio - Os tubos de ensaio tem uma grande variedade de tamanhos e formas e são usados em muitas técnicas de laboratório.

Proveta - Uma proveta é um cilindro graduado, de paredes lisas e retas, com uma base estendida para dar estabilidade. São usadas para fazer medidas não exatas.

Pipetas - São usadas no laboratório para medir e transferir líquidos. Os dois tipos básicos de pipetas são as volumétricas e as graduadas. As volumétricas como o próprio nome diz mede um único volume preciso. As graduadas medem mais de um volume precisos.

Placa de Petri - Para acondicionar meios de cultura em bacteriologia.

Registros e resultados de análises

Os registros constituem parte da garantia e validação dos processos executados, conferindo credibilidade, demonstrando a efetividade e eficácia do sistema de controle de segurança da matéria prima e produto processado.
Cada análise realizada deve ser anotada pelo responsável a qual executou-a, devidamente datada e assinada.
Todos os resultados e anotações devem estar devidamente legíveis, permanentes e exatos, disponíveis por um ano e quando solicitados.

Exemplo de registros:
1. Registro de análise de leite recebido:

Laboratório de Rotina			
Produtor:			
Análise	Padrão	Resultado	C/ NC
Temperatura			
Alizarol			
Acidez			
Índice crioscópio			
Densidade			
Gordura			
EST			
ESD			
Alcalinos			
Peróxido			
Data:		Responsável:	

(*) C = conforme NC = não conforme

2. Registro de análise de leite pasteurizado em processamento:

Laboratório de Rotina			
Lote:		Produto:	
Análise	Padrão	Resultado	C/ NC
Temperatura			
Alizarol			
Acidez			
Índice crioscópio			
Densidade			
Gordura			
EST			
ESD			
Alcalinos			
Peróxido			
Data:		Responsável:	

(*) C = conforme NC = não conforme

3. Registro de água de abastecimento:

Laboratório de Rotina			
Data:		Ponto:	
Análise	Padrão	Resultado	C/ NC
Cor			
Odor			
ppm			
pH			
Hora:		Responsável:	

(*) C = conforme NC = não conforme
Seguir procedimentos referenciados no PPHO relacionado a água de abastecimento.

4. Registro de análise de soro:

Laboratório de Rotina			
Data:		Queijo:	
Análise	Soro no corte	Soro no ponto	observação
Acidez			
Densidade			
Gordura			
pH			
Lote:		Responsável:	

5. Registro de análise de salmoura:

Laboratório de Rotina			
Data:		Tanque:	
Análise	Soro no corte	Soro no ponto	observação
Temperatura			
Acidez			
Densidade ºB			
Teor de sal			
pH			
Responsável:		Responsável:	

Comprovação metrológica (calibração e aferição)

A confirmação metrológica é o conjunto de operações necessárias para assegurar-se de que um dado equipamento ou instrumento de medição está em condições de conformidade com os requisitos para uso pretendido. Geralmente, incluem calibração, aferição, reparos, etc.
A garantia de qualidade deve ser assegurada pela identificação e planejamento dos processos de produção, de instalação e de serviços associados que afetem diretamente esta qualidade e que esses processos seja executados sob condições controladas.
A comprovação metrológica é importante como suporte do controle de processo e garantia as especificações dos produtos. Sem a atividade de confirmação metrológica, não há como garantir a confiabilidade dos dados referentes ao controle das características que determinam a qualidade dos produtos, assim como o controle do processo produtivo.

Aferição:
Para o laboratório de rotina a aferição de instrumentos como termômetro e pHgametro deve executada no decorrer da rotina, validando desta forma as operações de monitoramento de pontos críticos e controles de processos.
Qualquer falha detectada pelo processo de aferição deve impedir o uso imediato do instrumento, evitando o monitoramento impreciso da produção.
A indústria deverá dispor de termômetros em números e locais suficientes, devidamente aferidos, conforme a metodologia padrão para este tipo de instrumento, além de possuir os devidos registros disponibilizados a qualquer tempo para a verificação oficial.

Calibração:
A calibração de instrumentos de controle de processos deve ser executada independente das ações de aferição. Seu objetivo visa assegurar se o equipamento não sofreu deterioração na exatidão, evitando que seja utilizado quando existir uma significativa possibilidade de produzir resultados errados, como por exemplo, uso de balança imprecisa.
Alguns fatores influenciam a determinação da frequência de comprovação e os mais importantes são: tipo e equipamento, recomendação do fabricante, dados de tendência conseguidos por registros de comprovações anteriores, registro histórico e assistência técnica, extensão e severidade de uso, desgaste natural, frequência de verificação cruzada com outros equipamentos de medição em especial, padrões de medição, frequência e formalismo das calibrações em uso, condições ambientais do local de instalação, exatidão pretendida da medição, conseqüências de um valor medido incorretamente ser aceito como correto devido a defeito de equipamento e custo das comprovações.
A calibração normalmente é executada por empresa terceirizada ou instituições oficiais, credenciados pelo INMETRO, pertencentes a Rede Brasileira de Calibração – RBC, as quais dispõem de pessoal qualificado, procedimentos adequados e padrões rastreáveis aos padrões nacionais/ e ou internacionais. O

INMETRO possui uma lista com todos os organismos credenciados e seus respectivos escopos de credenciamento.
Finalmente em qualquer situação, a indústria deverá dispor do respectivo certificado de calibração, arquivados e acessíveis à fiscalização oficial.

Notas:
1. Todos os reagentes utilizados devem ser adquiridos de laboratório confiável acompanhados de sua correta rotulagem, laudo de garantia, ficha de segurança.
2. As vidrarias devem acompanhar de certificado.
3. Equipamentos como estufa, banho Maria e demais equipamentos do laboratório de rotina devem possuir manual de instruções, estarem devidamente instalados e funcionamento na íntegra.

REFERÊNCIAS

BRASIL, Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Secretaria da Defesa Agropecuária. Laboratório Nacional de Referência Animal. Instrução Normativa 68 de 12/12/2006. Métodos Analíticos Oficiais Físico Químicos para Controle de Leite e Produtos Lácteos.

BRASIL, Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento – Instrução Normativa nº 51 de 18 de Setembro de 2002.

Rodrigues, Fernando., Manual de Fabricação de Queijos - 2005